ORSAY
SÉRIE A,
N· D'ORDRE
30

THÈSE

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS
CENTRE D'ORSAY

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITE

(MENTION SCIENCES)

PAR

TESTARD Olivier

Calorimètre mixte à hélium-3 et hélium-4
Calorimétrie à très basse température

Soutenue le 21 Juin 1966 devant la Commission d'examen

MM. C. FROIDEVAUX		Président
A. HERPIN	}	Examinateurs
W. MERCOUROFF		
J.J. VEYSSIE		

ORSAY
SÉRIE A,
N· D'ORDRE
30

THÈSE

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

CENTRE D'ORSAY

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITE

(MENTION SCIENCES)

PAR

TESTARD Olivier

Calorimètre mixte à hélium-3 et hélium-4
Calorimétrie à très basse température

Soutenue le 21 Juin 1966 devant la Commission d'examen

MM. C. FROIDEVAUX		Président
A. HERPIN	}	Examinateurs
W. MERCOUROFF		
J.J. VEYSSIE		

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41546821_0036

UNIVERSITE DE PARIS

FACULTE DES SCIENCES DE PARIS

PROFESSEURS

Le Doyen ... M. ZAMANSKY

MM.	PRENANT	T	Anatomie et histologie comparée
	GRASSE	T	Evolution des êtres organisés
	PREVOST	T	Chimie organique
	WYART	T	Minéralogie et cristallographie
	TEISSIER	T	Zoologie
	AUGER	T	Physique quantique et relativité
	MONNIER	T	Physiologie générale
	PIVETEAU	T	Paléontologie
	ROCARD	T	Physique E. N. S.
	CARTAN	T	Mathématiques E. N. S.
	LAFFITTE	T	Chimie générale
	N...	T	Géométrie supérieure
	COULOMB	T	Physique du globe
Mlle	COUSIN	T	Biologie animale SPCN
	CHRETIEN	T	Chimie minérale
	BOCQUET	T	Zoologie
	KASTLER	T	Physique E. N. S.
	EPHRUSSI	T	Génétique
	GAUTHERET	T	Biologie végétale CPEM
	LUCAS R.		Recherches physiques
	THOMAS A.	T	Biologie cellulaire
	MORAND	T	Physique enseignement
	SOLEILLET	T	Physique CPEM
	FORTIER	T	Mécanique expérimentale des fluides
	DRACH	T	Zoologie
	QUENEY	T	Météorologie et dynamique de l'atmosphère
	GALLIEN	T	Embryologie
	EICHHORN	T	Botanique
	DE CUGNAC	T	Biologie végétale SPCN
Mlle	CAUCHOIS	T	Chimie physique
	THELLIER	T	Physique du globe
	PONCIN	T	Mécanique générale
	DUBREIL	T	Arithmétique et théorie des nombres
	QUELET	T	Chimie organique
	CAGNIARD	T	Géophysique appliquée
	CHAMPETIER	T	Chimie macromoléculaire
	CUVILLIER	T	Micropaléontologie
	JUNG	T	Géologie
	TRILLAT	T	Microscopie et diffraction électronique
	WIEMANN	T	Chimie organique et structurale
	VASSY	T	Physique de l'atmosphère
	DESTOUCHES	T	Théorie physique
	AMIEL	T	Chimie générale
	HOCART	T	Minérallogie et cristallographie
	MATHIEU J. P	T	Physique optique
	COUTEAUX	T	Cytologie
	CHOQUET	T	Théorie des fonctions et topologie
	FELDMANN	T	Biologie végétale marine
	JOST	T	Physiologie comparée
	FORTET	T	Calcul des probabilités et physique mathématiques
	SCHWARTZ	T	Calcul différentiel et intégral
	CHOUARD	T	Physiologie végétale
	MALAVARD	T	Aviation (technique aéronautique)
	BRELOT	T	Analyse supérieure
	NORMANT	T	Synthèse organique
	BENARD	T	Chimie appliquée
	DUGUE	T	Statistique mathématique
	SOULAIRAC	T	Psychophysiologie
	ULRICH	T	Physiologie végétale appliquée
	KIRRMANN	T	Théories chimiques
	CHADEFAUD	T	Botanique
Mlle	LE BRETON	T	Physiologie de la nutrition
	LELONG	T	Application de l'analyse à la géométrie
	DEVILLIERS	T	Anatomie et histologie comparées
	EHRESMANN	T	Topologie algébrique
	FRANCON	T	Physique SPCN
	GLANGEAUD	T	Géographie physique, géologie dynamique
	DODEMENT	T	Mathématiques MGP
	PISOT	T	Technique mathématique de la physique
	ROCH	T	Géologie
	SCHATZMANN	T	Astrophysique
	TERMIER	T	Géologie générale
	ZAMANSKI	T	Mathématiques générales
	LENNUIER	T	Physique M. G. P.
	ROUTHIER	T	Géologie appliquée
Mme	TONNELAT	T	Physique théorique
	DIXMIER	T	Mathématiques M. P. C.
	SOUCHAY	T	Chimie générale
	AIGRAIN	T	Electrotechnique
	BRUSSET	T	Chimie systématique
	LEVY	T	Physique théorique des hautes énergies
Mme	CHAIX	T	Chimie biologique
Mme	HUREL PY	T	Biologie végétale CPEM
	PANNETIER	T	Chimie générale I
	BRUN	T	Mécaniques des fluides I
Mme	DUBREIL	T	Mathématiques (Agrégation)
Mme	LELONG	T	Mathématiques II E. N. S.
	BELLAIR	T	Géologie S. P. C. N.
	COTTE	T	Physique électricité
	DUBOIS J. E	T	Chimie organique physique
	LAMOTTE	T	Zoologie E. N. S.
	OLMER	T	Energétique générale
	GAUTHIER	T	Mécanique appliquée
	BARCHEWITZ	T	Chimie physique
	BROSSEL	T	Physique atomique
	BUSER	T	Physiologie comparée
	CAMUS	T	Physiologie végétale
	CURIEN	T	Minéralogie et cristallographie
	POSSOMPES	T	Zoologie
	PULLMANN	T	Chimie quantique
	TEILLAC	T	Physique nucléaire et radio-activité
	VILLE	T	Econométrie
	WILLEMART	T	Chimie CPEM
	FREYMANN	T	Recherches physiques
	ROLLET	T	Chimie minérale
Mlle	JOSIEN	T	Chimie SPCN
	CHEVALLEY	T	Géométrie algébrique et théorie des groupes
	GERMAIN	T	Mécanique théorique des fluides
	LUCAS G.	T	Géologie
	ALLARD	T	Chimie physique
	BERTHELOT	T	Physique des particules fondamentales
	BRICARD	T	Météorologie
Mme	ALBE-FESSARD	T	Psycho-physiologie
	JULIA M.	T	Etude des molécules naturelles complexes
	MAGAT	T	Physico-chimie des rayonnements
Mlle	QUINTIN	T	Electrochimie
	MONOD	T	Chimie du métabolisme
	DE POSSEL	T	Analyse numérique
	CHARLOT	T	Chimie analytique
	CHATELET	T	Chimie CPEM
	MATTLER	T	Physique SPCN
	BOUISSIERES	T	Radiochimie
Mme	COUTURE	T	Thermodynamique et mécanique physique
	FRANC	T	Biologie animale CPEM
	SCHNELL	T	Botanique tropicale
	STOLKOWSKI	T	Physiologie générale
	ACHER	T	Chimie biologique
	BAUDOIN	T	Biologie animale CPEM
	BEAUMONT		Biologie animale SPCN
	BLAMONT		Géophysique ionosphère
	BOUREAU	T	Botanique
	CURIE D.		Physique MGP
	DURAND DELGA	T	Géologie
	HELLER	T	Physiologie végétale
	TORTRAT	T	Calcul des probabilités
	CAILLEUX	T	Géologie SPCN
	MAGNAN		Physique électricité
	DAUDEL	T	Mécanique ondulatoire
Mlle	FOURCROY		Biologie végétale SPCN
Mme	CHOQUET BRUHAT		Mécanique analytique et mécanique céleste
Mlle	VEIL	T	Physiologie générale
	LWOFF	T	Microbiologie
	SIESTRUNCK	T	Mécanique physique et expérim.
	CABANNES	T	Mécanique générale
	CAIRE	T	Géographie physique et géologie dynamique
	COMOLET		Mécanique des fluides
	DELLOUE	T	Physique de l'exosphère
	HOUILLON		Biologie animale CPEM
	OLIVIER		Anthropologie
	SAMUEL	T	Mathématiques (ENS Jeunes filles)
	THIRY	T	Mécanique céleste
	ABELES	T	Physique SPCN
	AMAT	T	Thermodynamique
	AUBOIN	T	Géologie
Mme	BENOIT-GUEUTAL	T	Physique nucléaire et radio-activité
	BOUGIS		Biologie végétale marine Villefranche s/Mer
	RIGAUDY	T	Chimie SPCN
	COLLONGUES		Chimie CPEM
	DUBERT		Biochimie
	NOZIERES		Physique générale
	CADIOT		Chimie organique
	IVANOFF		Océanographie physique
	FRANCOIS		Zoologie
	TALBOT		Génie chimique
Mme	NOUGAREDE		Botanique
	BRUHAT	T	Mathématique MPC
	FOURNET		Electricité générale
	DEHEUVEIS	T	Mathématiques propédeutique
	FURON	T	Géologie SPCN
Mme	GANS	T	Génétique
	GENEVES		Biologie végétale CPEM
	HUPE	T	Pétrographie
	HOLLANDE	T	Biologie générale
	LIONS	T	Analyse numérique
	MAITTE	T	Chimie organique
	NICOLAS		Géologie appliquée
	PANIGEL		Biologie générale
	RAVIER	T	Pétrographie
	MOREL F.	T	Physiologie comparée

	ROSEAU	T	Mécanique théorique des fluides
	ROUBINE		Electronique E. S. E
	SILBER	T	Chimie CPEM
	UEBERSFELD	T	Electronique
	YVON	T	Théories physiques
	HERVE	T	Mathématiques
Mme	PECKER-WIMEL	T	Astrophysique
	BALKANSKI		Physique M. P. C.
	LE CORRE	T	Electricité
	NATAF	T	Physique nucléaire et radio-activité
	ECHALIER		Biologie animale CPEM
	BARRAUD	T	Physique CPEM
	DARS		Géologie structurale et appliquée
	CAMEFORT	T	Botanique (agrégation)
	VICHIEWSKI	T	Mécanique industrielle
	SIGWALT	T	Chimie SPCN
	BLAQUIERE		Electronique
	BARUCH		Physique propédeutique
	ARNOUS	T	Physique théorique
	SLONIMSKI		Génétique
	MALLIAVIN	T	Mathématiques propédeutique
	GAUDEMAR		Chimie propédeutique
	BROUSSE	T	Mécanique théorique
	ROSCH	T	Astronomie
	GUY	T	Physique expérimentale
	LAZARD		Mathématiques MPC
	MOREL P.		Physique MPC
	ARSAC		Programmation
	LEFEBVRE		Chimie MPC
	BOK		Physique propédeutique
	CHAPEVILLE		Biochimie
	BENOIT		Physique CPEM
	RIO		Chimie CPEM
	JAUZEIN		Géologie ENS
	PREVOST G.		Biologie végétale CPEM
	FAVARD P.		Biologie animale CPEM
Mme	CHARNIAUX-COTTON		Evolution des êtres organisés
Mlle	FICINI		Chimie CPEM
	LEQUEUX		Astronomie
	COHEN TANNOUDJI		Physique atomique
	TAVERNIER		Physique CPEM
	DURAND M.		Biologie animale SPCN
	PASCAUD		Physiologie
Mme	PETIT		Biologie animale CPEM
	CAGNAC		Physique agrégation
	FALK-VAIRANT		Physique nucléaire
	KRASNER	T	Mathématiques
	BENZECRI	T	Statistiques
	VINH MAU		Physique M. G. P
	DUQUESNES		Physique CPEM
	SCHUTZENBERGER		Programmation
	TREMILLON		Chimie MPC
	FAYARD		Chimie MPC
	BUVET		Chimie CPEM
	AUTHIER		Physique MPC
	PICINBONO	T	Physique CPEM
	BONNEFILLE		Electrotechnique
Mme	PUISEUX DAO		Biologie végétale

Secrétaire général... R. POULAIN

UNIVERSITE DE PARIS

FACULTE DES SCIENCES D'ORSAY

PROFESSEURS

	MANGENOT G.	T	Biologie végétale
	JACQUINOT P.	T	Optique
	GUINIER A.	T	Electricité et physique des solides
	GRIVET P.	T	Electronique
	BLANC-LAPIERRE A.	T	Accélérateur linéaire
	L'HERITIER P.	T	Génétique des virus
	LEMEE G.	T	Ecologie végétale
	MOYSE A.	T	Physiologie végétale
	DODE M.	T	Chimie thermodynamique
	DENY J.	T	Mathématiques
	RIVIERE A.	T	Géologie générale et sédimentologie
	MICHEL A.	T	Chimie minérale
	MAY R.	T	Anatomie comparée
	DELANGE H.	T	Mathématiques
	CHAPELLE J.	T	Physique expérimentale
	LACOMBE P.	T	Métallurgie
	BENOIT P.	T	Physiologie générale
	GUINOCHET J.	T	Biologie végétale SPCN
	NERON A.	T	Mathématiques
	NOZERAN R.	T	Botanique approfondie
	CASTAING R.	T	Thermodynamique
	ELLENBERGER F.	T	Géologie structurale
	LEDERER E.	T	Chimie biologique
	RIZET J.	T	Génétique
	LENDER T.	T	Biologie animale SPCN
	POITOU G.	T	Mathématiques
	FREON P.	T	Chimie organique
	TONNELAT	T	Biologie physico-chimique
	BRUNN J.	T	Géologie historique
	JEAN M.	T	Physique nucléaire
	BERGERARD J.	T	Zoologie
	ROGER J.	T	Paléontologie
	LEFORT M.	T	Chimie nucléaire
	LAGARRIGUE A.	T	Physique des hautes énergies
	JULLIEN J.	T	Chimie structurale organique
	ARNULF A.	T	Optique
	ROUAULT M.	T	Diffraction électronique
	MARECHAL A.	T	Optique théorique et appliquée
	MAZET R.	T	Mécanique générale
	DAVID S.	T	Chimie agrégation
	GUERIN H.	T	Chimie des gaz et des combustibles
	LESIEUR L.	T	Mathématiques MPC et algèbre
	KOURGANOFF	T	Astronomie
	ARNOULT P.	T	Physique électronique
	KAHANE J. P	T	Mathématiques
	BROCHARD J.	T	Physique propédeutique
Mme	ROIZEN	T	Physique C. P. E. M.
	BERTEIN F.	T	Electronique
	MALGRANGE B.	T	Mathématiques
	CORABOEUF E.	T	Physiologie animale
	FRIEDEL J.	T	Physique des solides
	CHEVAUGEON J.	T	Cryptogamie
	MEYER P.	T	Physique théorique et atomique
	LEHMANN P.	T	Accélérateur linéaire
	CHABBAL R.	T	Physique propédeutique
	DELCROIX J. M.	T	Physique des plasmas
	CERF J.	T	Mathématiques
	D'ESPAGNAT B.	T	Physique théorique
	SCHAEFFER P.	T	Microbiologie
	DE GENNES P.	T	Physique des solides
Mme	MARTY N.		Physique propédeutique
	GOURDIN M.		Physique théorique
	PEREZ-Y-JORBA		Physique propédeutique
	GORENFLOT E.		Biologie végétale SPCN
	RIOU M.		Physique nucléaire
	BROUSSE R.		Géologie S. P. C. N.
	LIORET C.		Physiologie végétale
	CLAUSER H.		Chimie biologique
	JANCOVICI B.		Physique atomique
	LURCAT J.		Physique propédeutique
	LE BERRE J.		Entomologie
	LAVOREL J.		Biophysique
	PERIO P.		Physique propédeutique
	FETIZON M.		Stéréochimie
	CHEMLA M.		Chimie des isotopes
	MAZIERES C.		Chimie SPCN
	VILKAS M.		Chimie C. P. E. M.
	BLANDIN A.		Physique des solides
	BRUN G.		Génétique
	MERCOUROFF		Physique agrégation
	ANDRE J.		Microscopie électronique
	CHEVALLIER F.		Physiologie animale
Mlle	MARCOU		Biologie cellulaire C. P. E. M.
	BOURDU R.		Physiologie végétale
	BERKALOFF A.		Biologie animale CPEM
Mlle	LEFORT M.		Biologie cellulaire CPEM
Mme	LAMBERT		Physique C. P. EM.
	BIZOT J. C		Physique M. C. P
	GUIRAUD J. P		Mécanique
	LABOUESSE B.		Chimie SPCN

REMERCIEMENTS

C'est sur la suggestion de MM. J.DEBIESSE, Directeur du Centre d'Etudes Nucléaires de Saclay, et A. HERPIN, Chef du Service de Physique du Solide et de Résonance Magnétique que ce travail a été entrepris. Je les remercie ici vivement de l'appui qu'ils ont bien voulu m'accorder.

C'est à M. P.LAINE, Directeur du Laboratoire de Physique Appliquée au Froid de Bellevue, que je dois ma première initiation à cette discipline. Qu'il accepte de trouver ici ma reconnaissance pour l'enthousiasme qu'il a su me communiquer.

Les résultats présentés ici sont le fruit du travail d'une équipe de recherche sur le magnétisme à basses températures que M. B.VIVET sait animer avec beaucoup de délicatesse. J'ai pu bénéficier au sein de ce groupe de nombreuses et enrichissantes discussions avec MM. P.CARRARA, J.HAMMANN et R. BIDAUX. M. R.GERARD-DENEUVILLE m'a été d'une aide précieuse dans de nombreuses réalisations ainsi que le personnel des Ateliers de Mécanique et d'Entretien que je remercie ici collectivement pour leur contribution et leur efficacité en la personne de M. C.CARO.

J'exprime enfin ici ma gratitude à M. C.FROIDEVAUX d'avoir accepté de présider mon jury d examen ainsi que MM. A.HERPIN, W.MERCOUROFF et J.J. VEYSSIE qui ont bien voulu être mes examinateurs.

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

P L A N

PREMIERE PARTIE

A - Description générale du cryostat - Principe de fonctionnement

A. 1 - Options fondamentales

A. 2 - Principe du cryostat

A. 2.1 - Description sommaire du cryostat

A. 2.2 - Modes de fonctionnement

A. 2.3 - Circuit de manipulation des fluides

A. 2.4 - Mesure de température

B - Elements techniques

B. 1 - Azote et Hélium-4 liquides sous pression atmosphérique

B. 1.1 - Dewar N_2

B. 1.2 - Dewar ^4He

B. 2 - Enceinte à vide

B. 2.1 - Fonction - Réalisation

B. 2.2 - Obtention du vide

B. 2.3 - Mesure du vide

B. 2.4 - Isolement thermique

B. 2.5 - Conclusion

B. 3 - Thermostat à ^4He

B. 3.1 - Réalisation

B. 3.2 - Caractéristiques thermiques

B. 3.3 - Refroidissement - Autonomie

B. 3.4 - Température limite

B. 3.5 - Evaluation des pertes de charge

B. 4 - Thermostat à ^3He

B. 4.1 - Réalisation et caractéristiques thermiques

B. 4.2 - Température limite

B. 4.3 - Circuit de pompage

B. 5 - Enceinte expérimentale

B. 5.1 - Limitation de la puissance dissipée

B. 5.2 - Réalisation

B. 5.3 - Circuits extérieurs

B. 5.4 - Conditionnement thermique

B. 6 - Mesure de température

B. 6.1 - Méthode

B. 6.2 - Mesure

B. 7 - Autres applications

B. 7.1 - Mesure de moments magnétiques

B. 7.2 - Effet tunnel

DEUXIEME PARTIE

A - Aspect théorique

A. 1 - Définition de la notion de chaleur spécifique

A. 2 - Considérations thermodynamiques

A. 3 - Diverses contributions à la chaleur spécifique des solides à basse température

B - Principe de la mesure

B. 1 - Description générale

B. 2 - Examen d'un processus réel

C - Aspect technique

C. 1 - Puissance parasite

C. 2 - Mode de thermalisation de l'échantillon

C. 3 - Méthode de chauffage

C. 4 - Thermomètres

D - Exemple de mesure de la chaleur spécifique d'un grenat de gallium et d'erbium

APPENDICE

Conduction thermique dans le gaz à basse température

Durant l'été 1963, un laboratoire a été créé à Saclay, dans lequel il était envisagé d'effectuer des expériences fondamentales à très basse température. Ce laboratoire devait accueillir un physicien ayant acquis une expérience dans ce domaine lors d'un stage au Clarendon Laboratory (Oxford), des étudiants, un préparateur et un technicien qui avait participé à l'investigation technique de la cryogénie à Saclay.

L'idée directrice initiale était d'acquérir un espace froid, bien accessible, vaste et facilement modelable, où il soit possible d'introduire des mouvements, des instruments de mesure, de disposer d'un champ magnétique, en vue de mesures calorimétriques, électriques ou magnétiques.

Plusieurs appareils ont été réalisés dans cet esprit. Un cryostat procurant des températures comprises entre $0{,}3^{\circ}K$ et $30^{\circ}K$ environ a été d'abord construit. Il utilisait, comme fluides cryogéniques, l'hydrogène, l'hélium 4 ou la combinaison hélium 4 - hélium 3. Un second cryostat a été construit dont l'objet, plus spécifique, est la désaimantation adiabatique. Enfin, on a entrepris récemment de reconstruire le premier appareil, cette nouvelle version devant répondre à des exigences plus strictes.

On rapportera ici les enseignements d'ordre technique que ces trois années de travail ont apportés, en citant les divers types d'expériences qui ont été effectuées. On décrira surtout le calorimètre mixte hélium 4 - hélium 3, mais on fera allusion aux autres appareillages aussi souvent que celà sera utile.

Dans une première partie, on exposera les options fondamentales qui ont présidé à l'élaboration de l'appareillage et on décrira son fonctionnement. Les divers éléments techniques seront ensuite passés en revue de façon détaillée, l'accent étant mis sur les difficultés rencontrées.

La deuxième partie, consacrée aux chaleurs spécifiques et à leur mesure, se composera d'une brève étude thermodynamique et d'une discussion des diverses méthodes expérimentales et de leur réalisme. La méthode adoptée sera ensuite décrite de façon détaillée dans ses principes et dans sa forme effective. On donnera enfin un exemple de résultat.

Figure 1

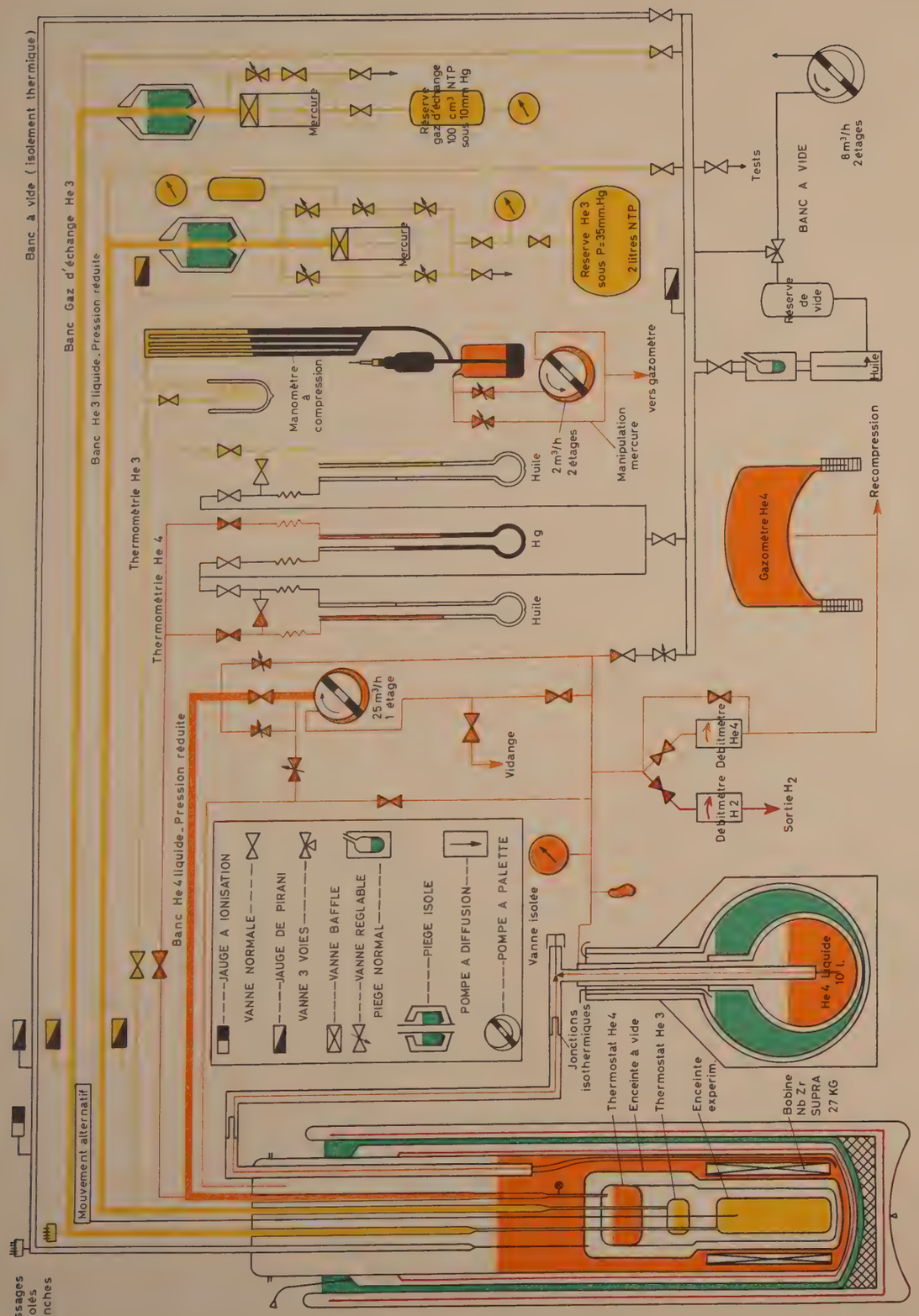


Schéma synoptique de l'appareil (H_2 , ^3He - ^4He)

légende :

l'hydrogène est représenté en rouge ;

l'^3He en jaune ;

l'^4He en orange ;

l'N_2 en vert

Schéma synoptique de l'appareil (H_2 , ^3He - ^4He)

légende :

l'hydrogène est représenté en rouge ;

l'^3He en jaune ;

l'^4He en orange ;

l'N_2 en vert

PREMIERE PARTIE

Dans cette partie, on exposera l'aspect purement cryogénique de l'appareillage, c'est-à-dire le mode d'obtention des basses températures. L'ensemble cryostatique étant assez complexe, sa description sera divisée en deux parties : une description de principe où, après avoir passé en revue les options fondamentales, on donnera le principe de l'appareillage et exposera son fonctionnement, et une description technique où les divers éléments seront passés en revue de façon plus analytique. Quelques exemples d'utilisation seront ensuite donnés.

A. - DESCRIPTION GENERALE DU CRYOSTAT - PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT

A. 1 - Options fondamentales

Les idées directrices qui ont guidé la conception de l'appareillage sont les suivantes :

- largeur de la gamme de température : on désirait couvrir la gamme de $0{,}3^{\circ}K$ à $30^{\circ}K$ environ de façon à pouvoir effectuer dans le même appareil des manipulations assez complètes,

- importance du volume expérimental : un volume expérimental de quelques centaines de cm^3 étant désiré, l'espace expérimental devait nécessairement être thermalisé par conduction,

- stabilité thermique : on désirait obtenir des températures stables de façon à pouvoir étalonner les thermomètres nécessaires aux diverses expériences envisagées,

- souplesse de la température : les expériences consistant, le plus souvent, en l'étude d'un phénomène en fonction de la température, il importait de pouvoir faire varier celle-ci de façon rapide et fine.

Ces deux dernières conditions imposaient, si l'on voulait maintenir l'appareillage et ses circuits annexes dans des proportions raisonnables, l'utilisation en faible quantité des divers fluides cryogéniques servant de thermostats

- autonomie raisonnable : on désirait adapter l'appareillage à des expériences pouvant durer une journée. Cette condition, s'ajoutant aux autres, imposait la technique dite du cryostat à double enceinte,

- fiabilité : étant donnée l'expérience technique acquise précédemment à Saclay, cette condition incitait à faire un cryostat entièrement métallique,

- possibilité d'utiliser un champ magnétique intense : cette exigence imposait certaines conditions dimensionnelles. La seule configuration possible, compte tenu des techniques disponibles à Saclay, est l'utilisation d'un solénoïde supraconducteur de même axe que le cryostat.

Ces choix fondamentaux comportent cependant un certain nombre de contreparties :

- le refroidissement de l'espace expérimental par conduction allié à la restriction apportée aux quantités de fluides cryogéniques interdisent toute manipulation impliquant une puissance dissipée notable.

- la construction entièrement métallique limite substantiellement l'utilisation de champs magnétiques alternatifs,

- la configuration du champ magnétique est manifestement peu adaptée à certaines expériences (étude d'une propriété anisotrope dans un champ magnétique).

A. 2 - Principe du cryostat

A. 2.1. - Description sommaire du cryostat

L'ensemble cryostatique comprend (figure 1) successivement depuis le milieu à température ambiante :

- un récipient cylindrique à double paroi en acier inoxydable, muni d'un écran thermique flottant en cuivre, contenant de l'azote liquide bouillant sous pression atmosphérique à $77^{o}K$ et captant le flux thermique $300\text{-}77^{o}K$ qui est d'environ 5 Watts . Ce récipient sera désigné dans la suite sous le nom de Dewar-N_2.

- un vase Dewar de même constitution (longueur 1 m, diamètre utile 85 mm) contenant de l'hélium 4 (éventuellement de l'hydrogène liquide) bouillant sous pression atmosphérique,

absorbant le flux thermique 77-4,2°K qui est d'environ 0,1 Watt. Ce récipient sera désigné dans la suite sous le nom de Dewar-^{4}He (éventuellement Dewar-H_2). Son col est à simple paroi de manière à permettre, en une nuit, le prérefroidissement à 77°K des parties internes de l'appareil par convection thermique dans la colonne gazeuse du cryostat, alors mis sous atmosphère d'hélium,

- une enceinte à vide, gainée dans sa partie inférieure par d'éventuels solénoïdes supraconducteurs, baignant dans l'hélium 4 liquide (ou éventuellement l'hydrogène) à 4,2°K et servant à isoler les thermostats secondaires et l'enceinte expérimentale de cette température qui constitue ainsi une véritable température ambiante secondaire.

On peut admettre dans cette enceinte une faible pression d'hélium (ou éventuellement d'hydrogène) à l'état gazeux pendant la période de prérefroidissement et de transfert de l'hélium liquide dans le Dewar-^{4}He. Le gaz qui y est admis est manipulé par un banc à vide extérieur ; le vide y est parfait à l'aide d'une pompe à adsorbant placée dans l'enceinte elle-même.

- un thermostat à hélium 4 (thermostat - ^{4}He) bouillant sous pression réduite. Sa capacité est réduite (50 cm^3) et son autonomie considérable (environ 35 h). Ce thermostat ne reçoit en effet qu'un flux de chaleur très réduit, la température la plus élevée "vue" par ce thermostat étant de 4,2°K, et l'ascension du film de Rollin dans le tube de pompage ayant été limitée par un diaphragme.

L'hélium liquide de ce cryostat est soutiré à travers une vanne froide située dans le Dewar-^{4}He ; il peut éventuellement être condensé. La température

de ce thermostat est continuement réglable entre 4,2°K et 0,97°K environ, grâce à un système de pompage approprié.

Dans le cas où l'on utilise de l'hydrogène liquide au lieu de l'hélium liquide, les petites dimensions de ce thermostat autorisent une manipulation sans danger de l'hydrogène à l'état solide, ce qui permet de couvrir une gamme 20,4 - 8,5°K environ.

- un thermostat à hélium 3 liquide (thermostat - ^{3}He) procurant des températures comprises entre 0,3 et 1,2°K. La quantité d'hélium 3 liquide est d'environ 1,5 cm^3. La faible puissance reçue (environ 20 µ W) lui confère une grande autonomie (20 h environ). L'hélium 3 est liquéfié par condensation dans l'échangeur (thermostat ^{4}He - hélium 3),

- une enceinte expérimentale isotherme de 40 mm de diamètre et 300 mm de longueur dont la commande thermique reste à exposer.

A. 2.2. - Modes de fonctionnement

La figure 2 montre une vue schématique de l'enceinte à vide et des divers thermostats. Celle-ci est entièrement entourée d'hélium 4 à 4,2°K (éventuellement d'hydrogène liquide à 20,4°K). Le volume expérimental peut être délimité par 3 enceintes différentes A, B ou C, selon l'expérience poursuivie. Cette enceinte en cuivre est normalement remplie de gaz d'échange (hélium 3) sous une faible pression ce qui la rend isotherme. Les tubes de pompage en acier inoxydable ont des conductances thermiques faibles. Le schéma

montre en outre des appendices k, l, m, pions en cuivre, servant à établir des connections thermiques entre les diverses enceintes.

On distingue deux modes de fonctionnement essentiels :

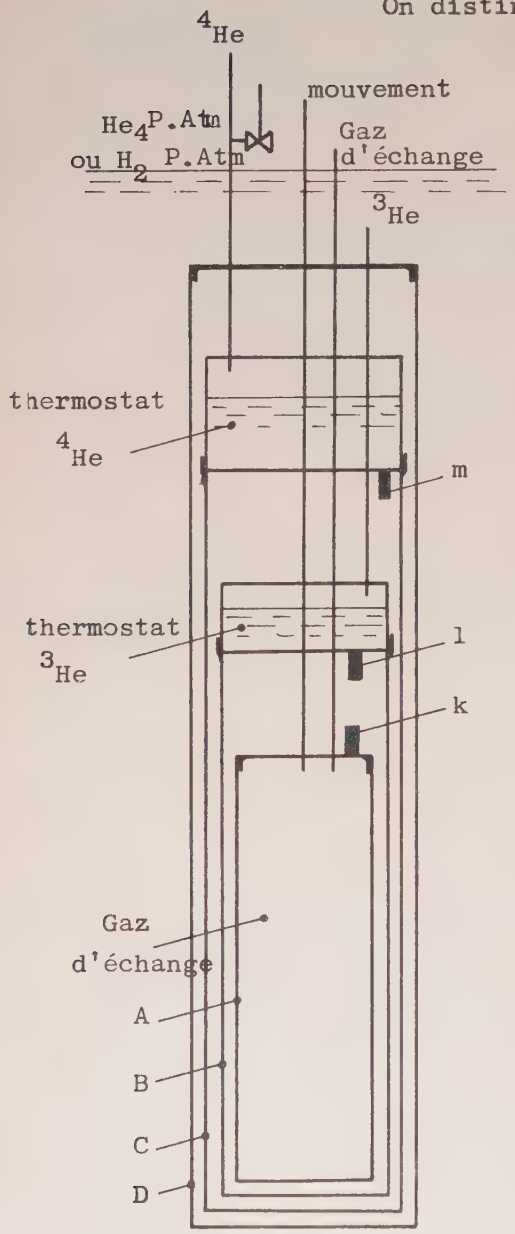


Figure 2

- fonctionnement à température dirigée

L'enceinte expérimentale (B ou C) est soudée directement sur un des thermostats. Le contrôle de la température se fait alors en contrôlant la pression au-dessus du fluide cryogénique correspondant. Cette pression sert à la mesure de la température.

- fonctionnement à température programmée

L'enceinte expérimentale, en règle générale l'enceinte A, est alors reliée par une impédance thermique adéquate à un des thermostats qui sert simplement de source froide. La température de l'enceinte étant repérée d'une manière quelconque (résistance de carbone, semi-conducteur...) cette température est alors réglée par une résistance chauffante bobinée sur l'enceinte. Dans la pratique, la résistance servant de repère thermométrique sera comparée dans un pont à une résistance extérieure variable, le signal de déséquilibre du pont servant après amplification à alimenter la résistance chauffante.

Outre les impédances que l'on peut placer entre les divers appendices, on dispose d'une impédance réglable qui est

la pression régnant dans l'enceinte à vide. Cette impédance est utilisée pour obtenir des températures au-dessus de $4,2^{\circ}K$ et de $20,4^{\circ}K$. Son mérite est de ne pas nécessiter le démontage de l'appareil.

L'impédance thermique devra être adaptée au servomécanisme utilisé et à la capacité calorifique de la masse dont la température se trouve ainsi régulée, ainsi qu'aux exigences de consommation des différents fluides.

Cette méthode, très souple, a le désavantage de nécessiter l'étalonnage de thermomètres secondaires.

Le tableau 3 résume les divers modes de fonctionnement utilisés dans chaque gamme de température. De nombreuses variantes sont évidemment possibles.

- Figure 3 -

Mode	Plage thermique	Enceinte	Source froide	Accouplement thermique
1	$0,3 - 1,2^{\circ}K$	B dirigée	^3He	direct
2		A régulée		k — l
3	$0,97 - 4,2^{\circ}K$	C dirigée	^4He	direct
4		A régulée		k — m
5	$4,2 - 30^{\circ}K$	A ou B ou C régulée	^4He P.Atm	A ou B ou C — D
6	$9 - 20,4^{\circ}K$	C dirigée	H_2	direct
7		A régulée		k — m
8	$T \geq 20,4^{\circ}K$	A ou B ou C régulée	H_2 P.Atm	A ou B ou C — D

Légende : Impédance thermique métallique
Impédance thermique gazeuse ajustable

A. 2.3 - Circuits de manipulation des fluides (fig. 1)

Les divers fluides nécessaires au fonctionnement du cryostat sont manipulés dans cinq circuits essentiels :

- un circuit de récupération de l'hélium 4 gazeux draine l'hélium évaporé dans le Dewar - ^{4}He ainsi que celui qui est refoulé par le circuit d'hélium sous basse pression. Un débimètre placé dans le laboratoire permet de mener au mieux le transfert qui, vu l'importance de la masse à refroidir, est une chose délicate.

Un circuit spécial est utilisé pour les manipulations de l'hydrogène qui est refoulé en dehors du bâtiment.

- un groupe de pompage primaire (pompe à palette de débit nominal 25 m^3/h) qui sert à prévider tous les circuits d'hélium 4, à créer la dépression nécessaire au transfert de l'hélium liquide dans le Dewar - ^{4}He, et à régler, grâce à une robinetterie adaptée, la pression d'ébullition dans le thermostat - ^{4}He.

- un banc à vide secondaire qui est utilisé pour prévider tous les circuits sauf ceux d'hélium 4, pour produire le vide de référence des divers manomètres hydrostatiques et réaliser le vide d'isolement thermique de l'enceinte à vide. Ce circuit peut être connecté à un détecteur de fuite ; on y dispose d'autre part, d'un robinet de rentrée d'hélium 4.

- un circuit de manipulation de l'hélium 3 du thermostat. L'élément essentiel de ce circuit est une pompe à diffusion de mercure comportant un éjecteur qui lui confère une pression d'amorçage élevée

(35 mm Hg environ). Le circuit est entièrement "basse pression" et ne comporte aucun élément mobile. Sa disposition permet de compresser l'hélium 3 vers le thermostat pour le condenser, et de régler sa pression d'ébullition entre 1 micron et quelques millimètres de mercure.

- un circuit basse pression pour manipuler le gaz d'échange. Ce gaz est l'hélium 3 qui est donc placé dans un circuit analogue au précédent, mais notablement plus simple puisqu'il ne travaille qu'à très basse pression.

Dans l'appareil actuellement en cours de construction ce circuit a été supprimé et remplacé par une simple pompe à adsorbant placée dans le cryostat lui-même. Le gaz d'échange sera alors prélevé sur le circuit précédent et pourra éventuellement être récupéré en fin d'expérience.

A. 2.4 - Mesure de la température

Dans tous les cas, la température est déterminée à partir de la mesure de la tension de vapeur des divers fluides utilisés.

Dans le cas de l'hydrogène liquide, l'hydrogène utilisé est réputé vieilli de sorte qu'il corresponde à la composition e-H_2, ce qui est vérifié par une détermination de la tension de vapeur au point triple.

La pression d'ébullition de l'hélium 4 est mesurée au moyen d'un manomètre à mercure et d'un manomètre à phtallate de butyle (densité 1,04), celle de l'hélium 3 au moyen d'un manomètre à phtallate de butyle et d'une jauge à

compression multiple. Les lectures sont faites au cathétomètre et la précision obtenue est toujours supérieur à 10^{-3} °K.

On utilise d'autre part, des thermomètres secondaires (résistance au carbone, semi-conducteur ...) dans le double but de disposer d'une grandeur thermométrique plus facile à suivre qu'un niveau de mercure, et de disposer, après étalonnage, d'une mesure de température lorsque celle-ci n'est pas possible par détermination de tension de vapeur (fonctionnement à température programmée par exemple).

Le tableau 4 résume le fonctionnement de l'appareil. Les divers organes y sont schématisés ainsi que leurs relations.

Figure 4

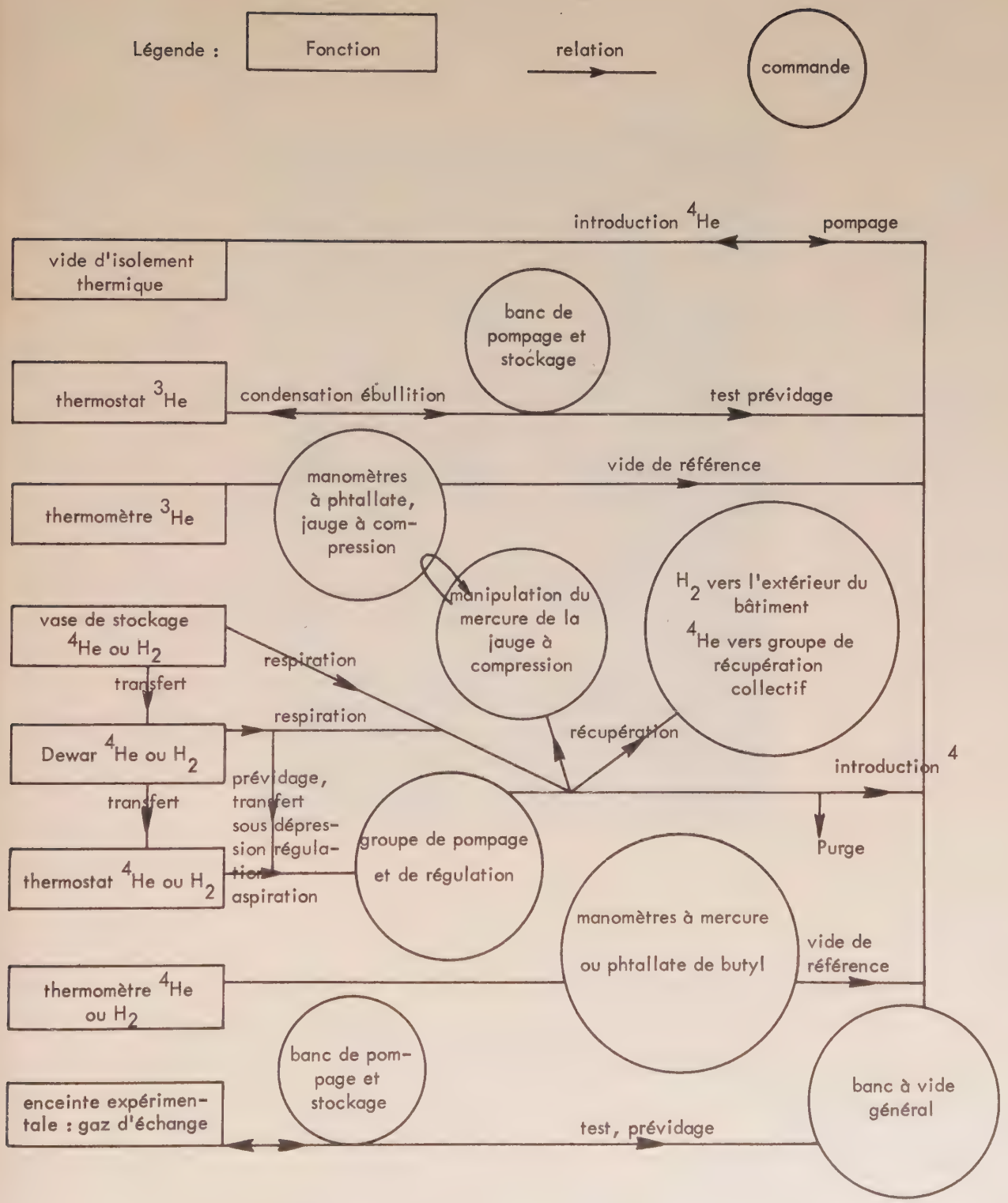
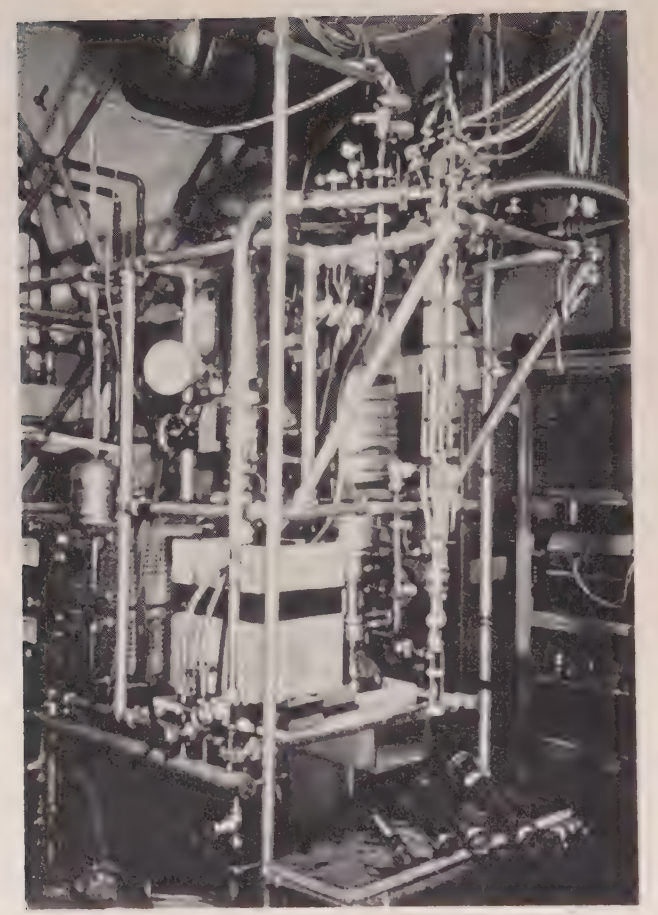
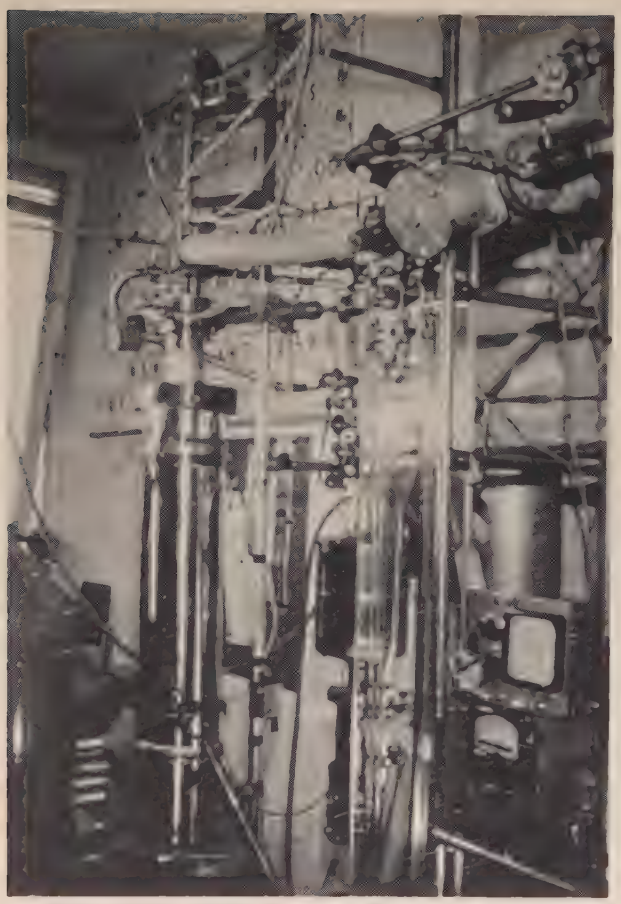

Légende :
Fonction
relation
commande
introduction ^{4}He
pompage
vide d'isolement thermique
banc de pompage et stockage
thermostat ^{3}He
condensation ébullition
test prévidage
vide de référence
manomètres à phtallate, jauge à compression
thermomètre ^{3}He
manipulation du mercure de la jauge à compression
H_2 vers l'extérieur du bâtiment
^{4}He vers groupe de récupération collectif
vase de stockage ^{4}He ou H_2
respiration
transfert
respiration
récupération
Dewar ^{4}He ou H_2
introduction ^{4}
prévidage, transfert sous dépression régulation aspiration
transfert
groupe de pompage et de régulation
Purge
thermostat ^{4}He ou H_2
manomètres à mercure ou phtallate de butyl
vide de référence
thermomètre ^{4}He ou H_2
banc de pompage et stockage
banc à vide général
enceinte expérimentale : gaz d'échange
test, prévidage

Figure 5



La figure 5 représente le premier ensemble cryostatique mixte (H_2 , $^3He - ^4He$) réalisé. On y remarque différentes enceintes amovibles, disposées sur la tablette, les différents thermostats et montage de mesure pour chaleurs spécifiques.

Figure 6



La figure 6 représente l'appareil (^{4}He - désaimantation adiabatique) en fonctionnement.
Le vase de stockage d'hélium liquide et la ligne de transfert sont adjoints à l'appareil.

B. - ELEMENTS TECHNIQUES

B.1. - Azote et hélium liquides sous pression atmosphérique

B.1.1. - Dewar-N_2

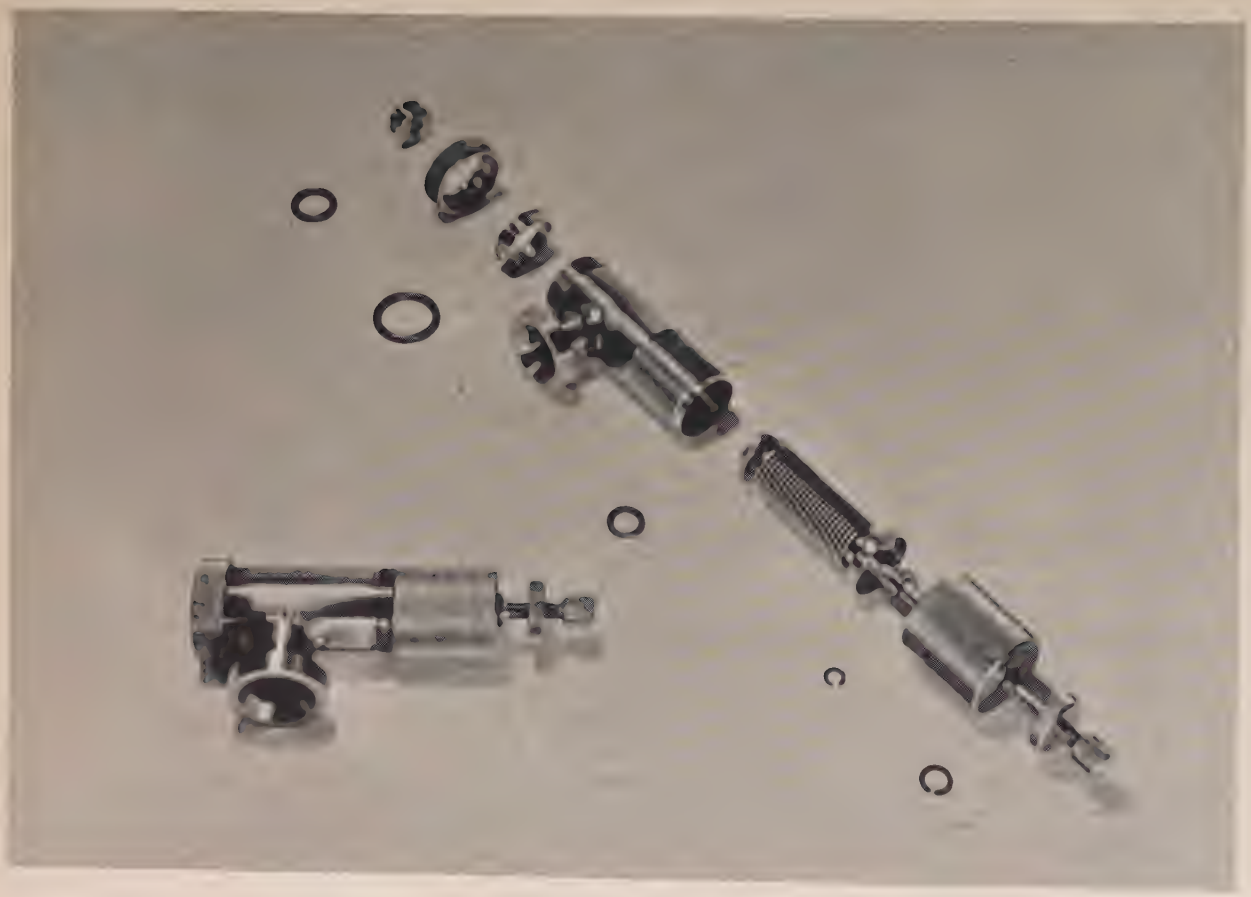
La puissance thermique dégagée dans le dewar-^4He pour les besoins propres de l'expérience est insuffisante pour que le débit d'hélium gazeux qu'elle engendre suffise à absorber les pertes thermiques par rayonnement ou conduction qui affectent la consommation d'hélium.

La solution consistant à munir le dewar-^4He d'écrans thermiques multiples n'a pas été retenue, car la durée d'une manipulation n'encourage pas à utiliser ce mode d'isolation dont le refroidissement est onéreux et le régime permanent optimal long à obtenir.

Nous avons donc implanté un écran thermique constitué par de l'azote liquide bouillant sous la pression atmosphérique.

	N_2	^4He
densité du liquide :	0,808	0,126
chaleur latente de vaporisation :	198 J/g	20,9 J/g
consommation : 1 ℓ/h correspondant à une puissance absorbée de :	44,7 W	0,73 W

Figure 7



Appareil de sécurité servant à retirer la soupape de sécurité pour la mise sous vide statique du matériel cryogénique et évitant l'emploi d'une vanne. (référence 11)

En fait, les pertes totales en hélium liquide sont accentuées par l'alimentation d'une bobine supraconductrice. L'autonomie en hélium liquide ne serait que deux fois plus faible si nous ne placions pas cet écran d'azote liquide, mais ce facteur est crucial, car l'autonomie de l'appareil est très ajustée auxbesoins réels.

Réalisation du dewar-N_2 :

La prévention des pertes thermiques par convection gazeuse, rayonnement et conduction métallique, incitent à l'emploi de matériaux non poreux, ne dégazant pas, doués d'un bon coefficient d'émissivité thermique et mauvais conducteurs de la chaleur.

Le matériau courant, techniquement le mieux adapté à ces réalisations est l'acier inoxydable. Il serait parfait si son coefficient d'émissivité thermique était égal à celui des métaux purs. Nous en avons cependant développé l'emploi en le polissant avant formage, le nickelant (1 micron) et le dorant (1 micron). La dorure est plus onéreuse que l'argenture, et les surfaces ainsi traitées ont un coefficient d'émissivité thermique inférieur à celui de surfaces argentées, mais elles ne s'oxydent pas au cours du montage de l'appareil qui est exécuté au rythme des travaux sur plans. (Référence 11)

Les qualités d'étanchéité requises sont impérieuses. Le vide d'isolement thermique est toujours entretenu par du charbon actif mis en contact thermique avec la paroi froide. La figure 7 représente un montage permettant d'effectuer la mise sous vide définitive de l'appareil à travers l'orifice de sa soupape de sécurité. (Référence 11)

B.1.2. - Dewar-^{4}He

Le récipient utilisé ne présente pas de renflement, contient 1,5 litre d'hélium liquide et comporte un écran thermique intermédiaire en aluminium.

Ses pertes thermiques (0,1 W environ) sont pratiquement dues aux nombreux tubes qui y accèdent et aux amenées de courant pour bobines supraconductrices. Son autonomie, de 10 à 15 heures, est ajustée à une journée d'expérimentation. Il a été réalisé dans le même esprit que le matériel à azote liquide. Les figures 8 et 9 permettent de concevoir le soin apporté lors de son montage. (référence 11)

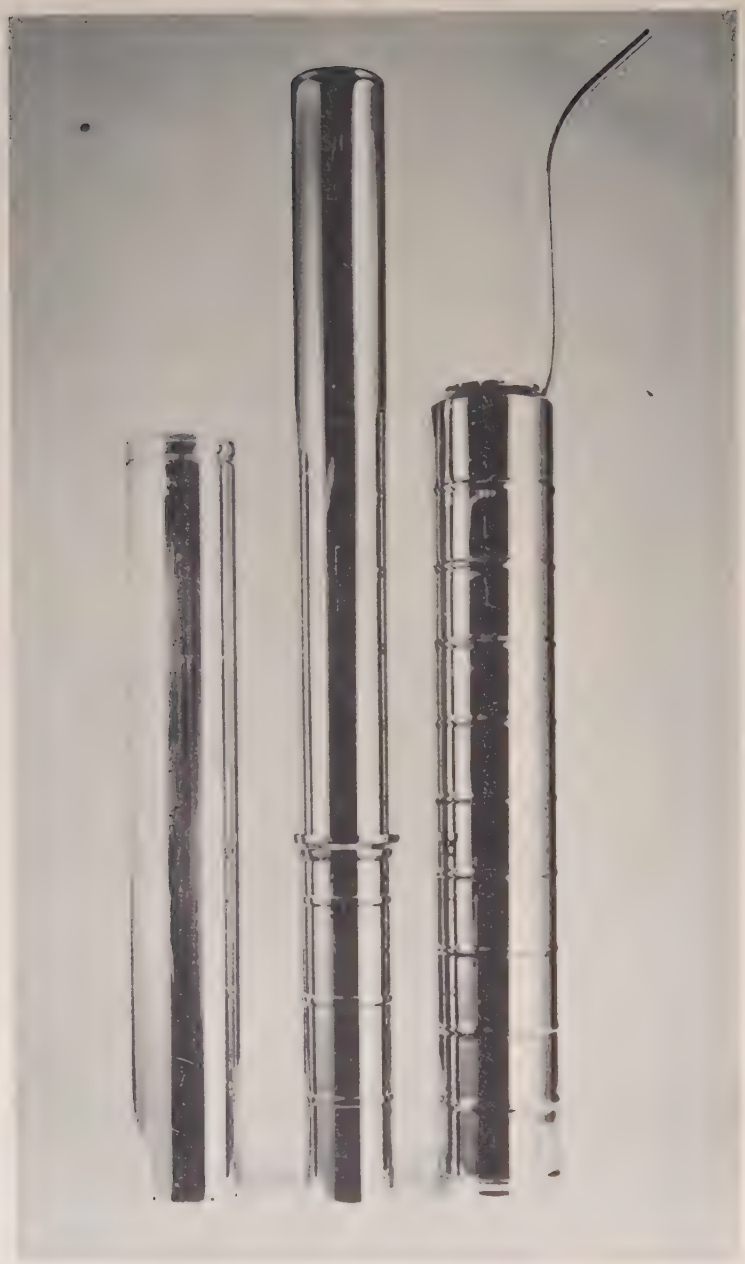
Le problème de l'obtention du vide d'isolement thermique du matériel cryogénique à hélium liquide est sensiblement différent de celui destiné à l'azote liquide. En effet, l'acier inoxydable est généralement élaboré sous atmosphère d'hydrogène et désorbe lentement des quantités appréciables de ce gaz qui sont adsorbées par le charbon actif refroidi à $77^{\circ}K$ sous une pression d'équilibre trop importante. Le dégazage préalable des cryostats à azote liquide est donc indispensable.

Dans le dewar-^{4}He, l'hydrogène est piégé à $4,2^{\circ}K$ sous une tension de vapeur inférieure à 10^{-6} mm.Hg et n'est donc plus gênant.

Par contre, une fuite infime d'hélium détériorerait immédiatement un vide d'isolement statique. Avec une fuite de 10^{-8} l.NTP/jour, correspondant à la sensibilité dynamique pratique d'un détecteur de fuite à hélium (environ 10^{-10} cm^3 NTP/s), la pression dans un volume de 1 litre remonterait de 10^{-5} mm.Hg en une journée, ce qui est tout à fait inacceptable.

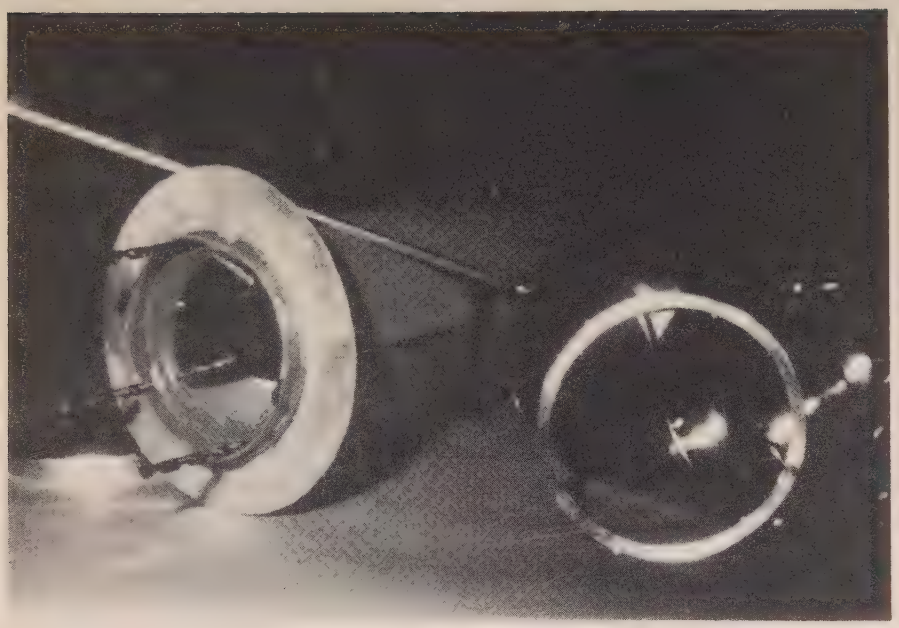
On a donc pour principe d'infliger des cycles thermiques rapides au matériel afin de l'éprouver, de le nettoyer parfaitement et de le dégazer. Il est ensuite testé par accumulation, ce qui procure un gain notable sur le seuil de détection et permet de faire apparaître des fuites présentant une constante de temps appréciable. Si l'appareil est réputé étanche, il peut être mis sous vide statique, car il est exclus d'entretenir un vide dynamique qui provoquerait une détérioration lente des propriétés émissives des parois.

Figure 8



Composants du vase dewar-^{4}He. Au centre : le vase à He_4. A gauche : un écran thermique en aluminium. A droite : l'enceinte à vide extérieure.

Figure 9



Montage du vase Dewar-^{4}He au moment où l'écran thermique est positionné concentriquement au vase à ^{4}He(doré) afin d'y être fixé. Le buvard (rouge) est disposé sur les pièces pour protéger celles-ci des éventuelles rayures. On remarque à droite le centreur qui sera disposé entre l'écran thermique et l'enceinte à vide qui figure au second plan. Les trois enceintes concentriques étant assemblées, le fond de l'écran thermique sera serti et le fond de l'enceinte à vide soudé et testé.

B.2. Enceinte à vide

B.2.1. - Fonction, réalisation

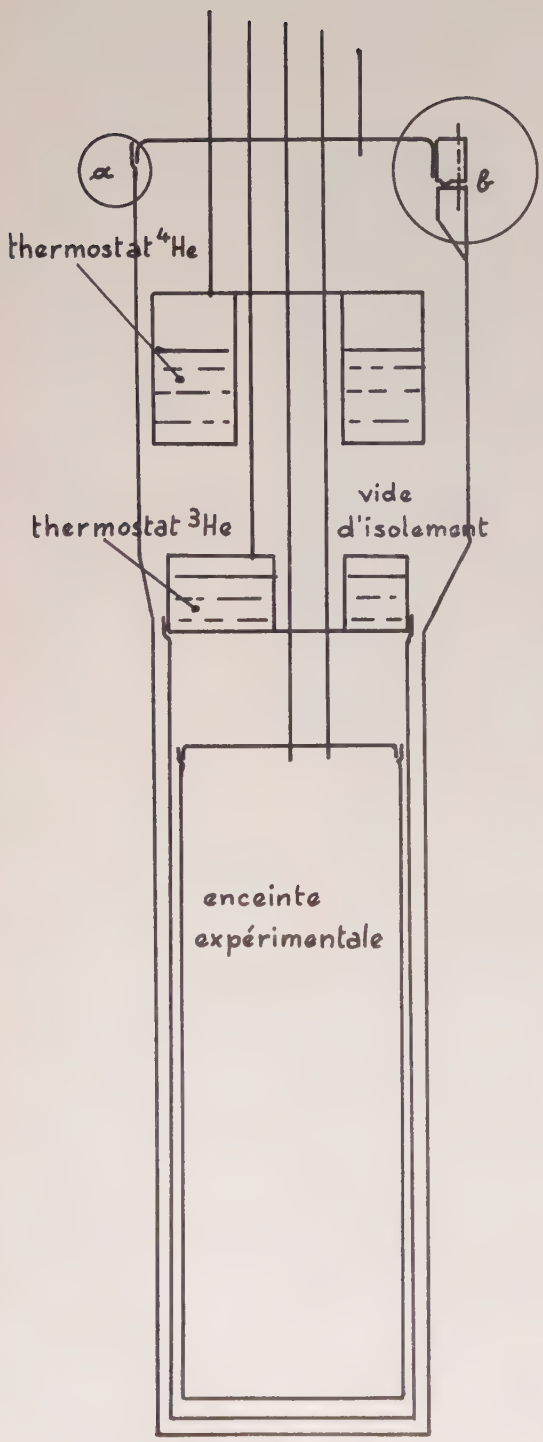


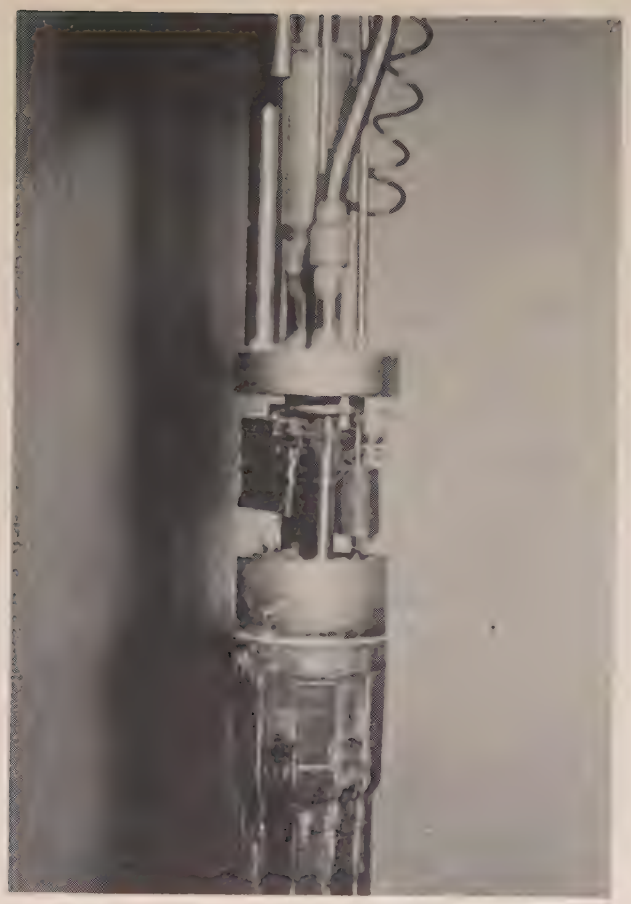
Figure 10

Les thermostats et l'enceinte expérimentale doivent être isolés thermiquement. Ils sont placés à cet effet dans une enceinte étanche baignant dans l'hélium liquide.

Cette enceinte est réalisée en acier inoxydable. Elle est amovible et raccordée au montage soit par brasage en corniche au métal de Wood (figure 10-a), soit mécaniquement à l'aide d'une bride (figure 10-b). L'étanchéité de la fixation par bride tient à la finesse du joint de téflon coulé utilisé qui présente après serrage un diamètre hydraulique au fluage de quelques microns seulement. Un serrage unique suffit donc, mais il est réalisé pour maintenir après refroidissement une pression résiduelle suffisante sur le joint. Bride et picot doivent naturellement être parallèles et lisses. Leur usinage devra être réalisé de façon que les éventuelles imperfections ne créent pas de canalicules qui débouchent de part et d'autre des portées de joint, car il est exclu que le téflon, même sous forte pression, bouche complètement des sillons de profils trop aigus.

Pendant la période de prérefroidissement, une pression d'hélium gazeux (quelques millimètres) permet de connecter thermiquement et de refroidir économiquement le contenu de l'enceinte à vide.

Figure 11



Pompe à adsorbant et jauge de Pirani "froide" implantées dans l'enceinte à vide d'isolement thermique d'un calorimètre.

B.2.2. - Obtention du vide

Le vide d'isolement thermique doit donc être réalisé à froid. Avec le banc à vide classique représenté dans la figure 1, compte tenu de l'impédance relativement élevée de la ligne de pompage, le temps minimum pour obtenir un bon isolement thermique était d'environ 30 minutes. Une pompe à adsorbant a été disposée dans l'enceinte à vide (fig. 11), permettant de réaliser rapidement un vide poussé, et supprimant ainsi toute perte de temps. Elle autorise aussi bien les changements de mode de fonctionnement (A.2.2.).

La pompe à adsorbant est constituée d'une plaquette de cuivre hérissée de 136 tiges également en cuivre sur lesquelles sont collés des grains de charbon actif préalablement perforés. Ce dispositif permet une mise en température rapide du charbon actif, même sous vide. Deux résistances de carbone (Speers 470 Ω) sont noyées dans la plaquette et servent indifféremment à chauffer l'ensemble ou à en contrôler la température. Le bloc de pompage est relié thermiquement au dewar-^{4}He par une impédance thermique convenablement adaptée qui permet de maintenir la pompe à 30°K environ pour une puissance de chauffage approximative de 10^{-2} W.

A la fin de la période de transfert, la pompe est maintenue à cette température de sorte que la pression dans l'enceinte à vide reste suffisante pour permettre le refroidissement rapide des thermostats et de l'enceinte expérimentale. Dès que l'hélium apparaît au fond du dewar-^{4}He, l'hélium gazeux se trouvant dans l'enceinte à vide est sommairement évacué par le banc de pompage extérieur, puis, l'enceinte étant fermée sur elle-même, on laisse la pompe à charbon actif se refroidir. En cinq minutes le vide optimum se trouve réalisé.

B.2.3. - Mesure du vide

L'autonomie des divers thermostats ainsi que les températures extrêmes atteintes dépendent de la qualité du vide réalisé. On est donc conduit à mesurer ce vide de façon rigoureuse avant de décider d'évaporer sous pression réduite l'hélium-4 puis l'hélium-3. Toutefois, par suite de gradients de pression dans les tubes de pompage (effet thermomoléculaire, dégazage des portions du circuit placées à température ambiante), la mesure de pression faite à température ambiante ne permet pas un calcul précis des pertes thermiques réelles par conductance gazeuse affectant les thermostats et l'enceinte expérimentale.

Il est cependant possible d'accéder à une connaissance effective de la pression résiduelle régnant dans l'enceinte à vide en utilisant une jauge de pression à conductibilité thermique fonctionnant à basse température. En cas d'incident, il sera toujours possible de connecter la partie extérieure du circuit à un détecteur de fuite convenablement sensibilisé pour savoir si la fuite éventuelle est une fuite d'hélium-4 ou d'hélium-3.

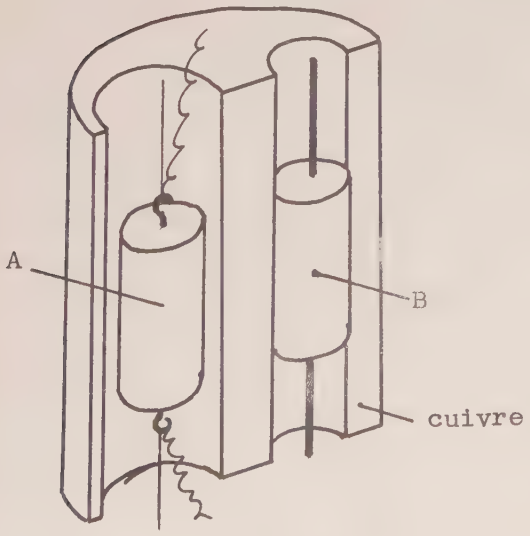


Figure 12

La figure 12 représente une petite jauge de Pirani froide placée directement dans l'enceinte à vide (figure 11). Elle est constituée d'un bloc de cuivre cylindrique, maintenu à la température du bain d'hélium-4 sous pression atmosphérique et dans lequel sont installées deux résistances de carbone. La première (fig.12A), entourée d'un mince feuillard de cuivre qui la rend isotherme, est suspendue dans un puits cylindrique à l'aide de fils de tergal : elle constitue l'élément sensible

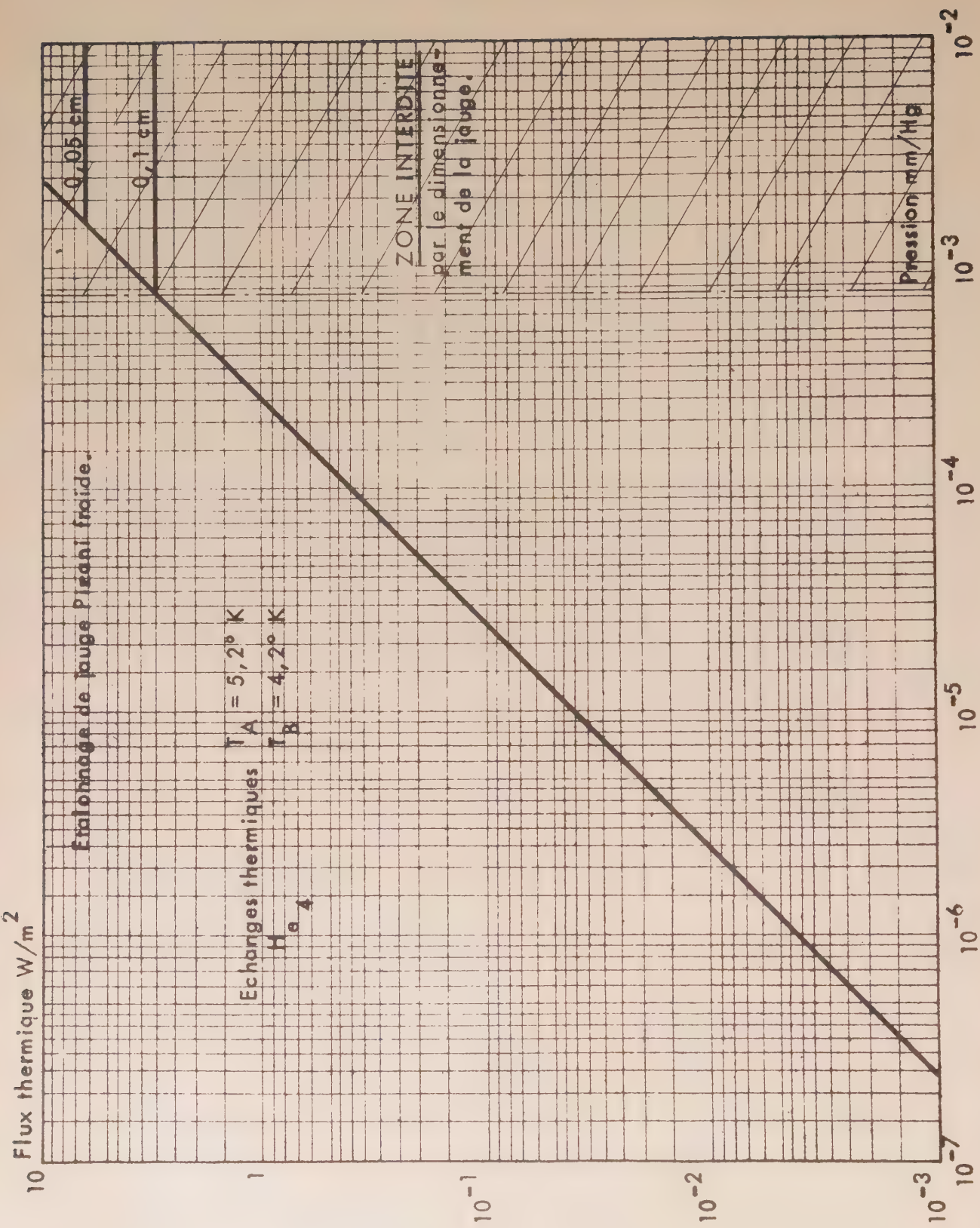

Flux thermique W/m²
10
1
10⁻¹
10⁻²
10⁻³
Etalonnage de Jauge Pirani froide.
Echanges thermiques
H_e 4
T_A = 5,2° K
T_B = 4,2° K
0,05 cm
0,1 cm
ZONE INTERDITE
par le dimensionnement de la jauge.
Pression mm/Hg
10⁻²
10⁻³
10⁻⁴
10⁻⁵
10⁻⁶
10⁻⁷

Figure 14

de la jauge, et est séparée de la paroi de cuivre par un espace de largeur 1 mm environ. La deuxième résistance (figure 12B) est noyée dans un second puits et repère la température T_B du bloc de cuivre.

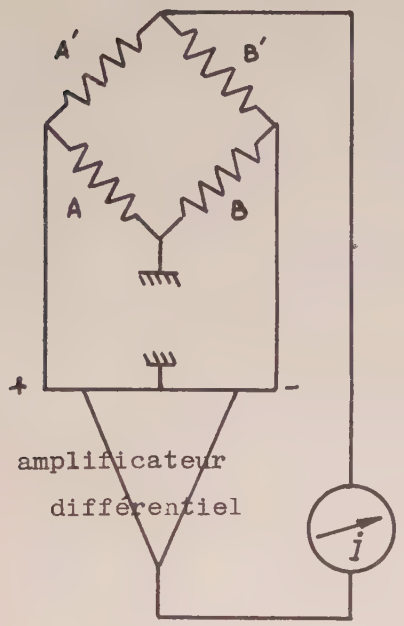


Figure 13

Ces deux résistances sont introduites dans un pont de Wheatstone (fig. 13) qui, lorsque $T_B \simeq 4{,}2^{\circ}K$, est équilibré pour $T_A - T_B = 1^{\circ}K$ environ. Ce pont est alimenté par l'amplificateur différentiel qui en mesure le déséquilibre. Son gain est tel que $T_A - T_B$ reste toujours très voisin de $1^{\circ}K$. Le flux thermique échangé dans le gaz entre la résistance A et le corps de jauge est déduit aisément de la mesure du courant I débité par l'amplificateur. Les résistances A et B restant, même en fonctionnement, peu différentes, à une bonne approximation, on a :

$$W = R_A \frac{I^2}{4} .$$

La figure 14 donne, pour la géométrie particulière de cette jauge, la relation entre le flux thermique et la pression dans l'enceinte à vide (cette dernière notion qui pose des problèmes évidents dans une enceinte qui n'est pas isotherme se trouve précisée en appendice). Au-dessus de 10^{-3} mm.Hg la jauge devient insensible à la pression, le régime de conduction à l'intérieur de la jauge devenant laminaire. La plage de sensibilité est donc très différente de celle des jauges ordinaires, mais est bien adaptée à nos conditions expérimentales, puisque au-dessus de 10^{-3} mm.Hg , l'utilisation d'une jauge placée à température ambiante n'introduit qu'une erreur peu significative sur la mesure de pression.

B.2.4. - Isolement thermique

Lorsqu'on réalise un vase Dewar, on insiste sur l'étanchéité de son enceinte à vide, et on précise que, de tous les gaz, seul l'hélium ne doit jamais y accéder. La décision de mettre de l'hélium gazeux autour du calorimètre pendant la période de transfert parait donc assez paradoxale. Le problème de la conductibilité thermique de l'hélium qui subsiste après pompage se pose donc.

En fait on ne peut utiliser la notion de conductivité thermique qui est dénuée de sens dans le cas présent. On a étudié en appendice le flux thermique w entre deux parois parallèles de dimensions linéaires grandes devant leur distance. Les conclusions de cette étude sont données ici.

On distingue trois régimes essentiels :

* Régime moléculaire (gaz monoatomique) :

$$\frac{W}{S} = \frac{3}{2} \, k\nu \, \frac{\sqrt{\frac{3RT_A}{M}}}{1 + \sqrt{\frac{T_A}{T_B}}} \cdot (T_A - T_B)$$

où ν est la densité moléculaire (nombre de molécules par unité de volume), T_A et T_B les températures des deux parois en présence et S la surface de ces parois.

* Régime moléculaire avec condensation :

L'expression est la même, mais ν correspond, non pas à la quantité de gaz qui a été effectivement enfermée entre les deux parois, mais à la tension de vapeur saturante au point le plus froid.

* Régime laminaire :

$$\frac{W}{S} = \frac{1}{2} \cdot k \cdot \frac{\sqrt{\frac{3}{2}\frac{R}{M}}}{\pi \sigma^2} \cdot T^{1/2} \cdot \frac{dT}{dx}$$

où σ est le diamètre moléculaire efficace, T la température de la couche considérée et x l'abcisse de cette couche dans la direction perpendiculaire aux parois.

Ce régime intervient comme une limitation supérieure au régime moléculaire (fig. 15).

k est la constante de Boltzman :

$$k = 1{,}3802 \cdot 10^{-23} \ J/^{\circ}K$$

R est la constante des gaz parfaits :

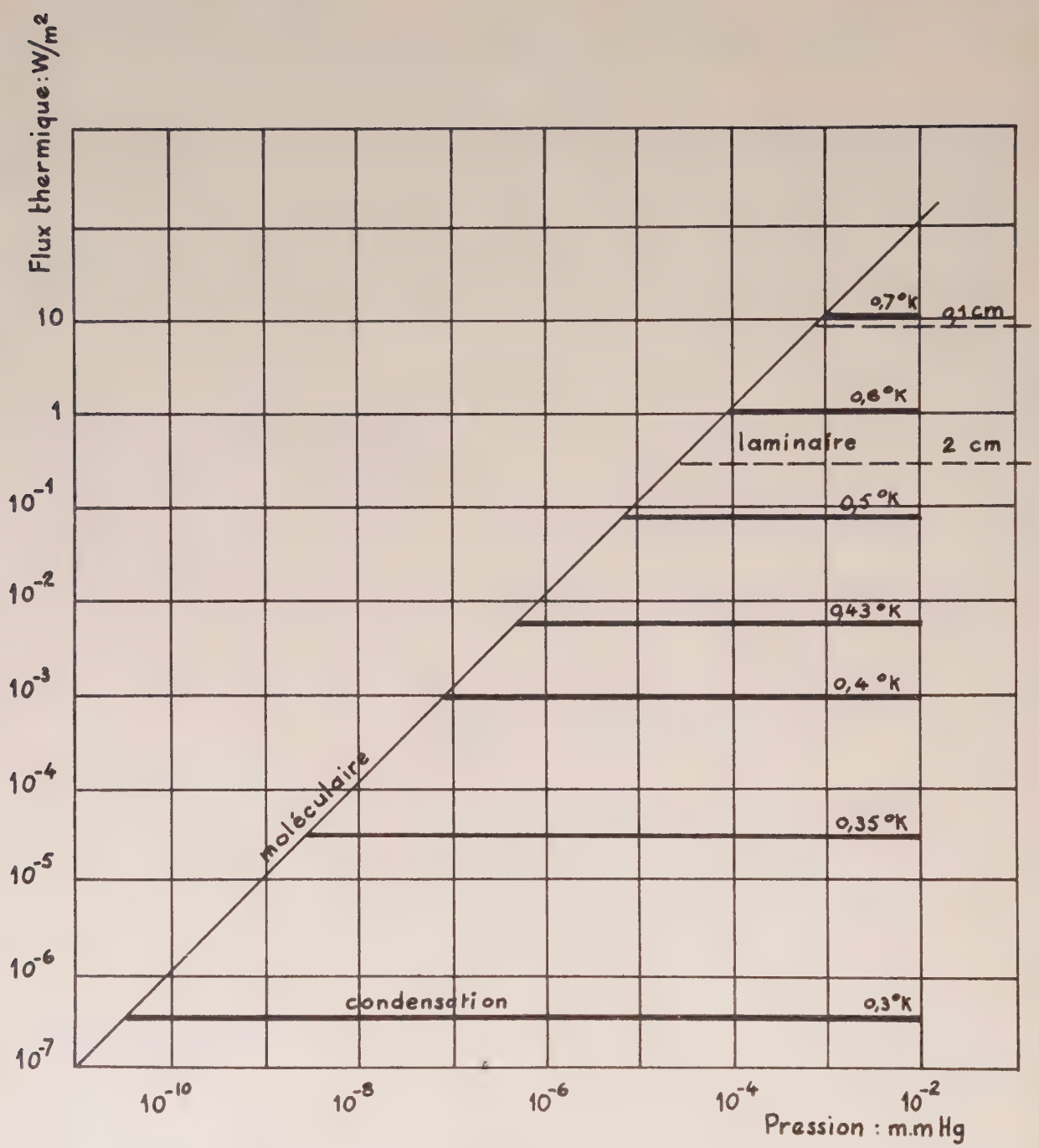
$$R = 8{,}317 \ J/mole.^{\circ}K$$

M est la masse molaire .

Pour l'hélium-4 et pour des surfaces en présence de températures respectives T_A et T_B (en fait T_A est fixé à environ $4{,}2^{\circ}K$ et T_B est inférieur à T_A), on obtient (système M K S A) :

* Régime moléculaire (sans condensation) :

$$\frac{W}{S} = 1{,}64.10^{-21} \cdot \nu \cdot \theta \ , \quad \text{en watt/m}^2 \ ,$$



Conduction thermique dans l'helium-4 gazeux.

Figure 15

avec $\theta = \dfrac{\sqrt{T_A} \cdot (T_A - T_B)}{1 + \sqrt{T_A / T_B}}$.

Dans la zone expérimentale θ varie peu avec la température, donc le flux thermique est proportionnel à la densité moléculaire.

* Régime moléculaire (avec condensation) :

$$\frac{W}{S} = 1{,}64.10^{-21} \cdot \nu(T_B) \cdot \theta ,$$

soit approximativement : $\frac{W}{S} = \alpha \cdot \nu(T_B)$.

* Régime laminaire :

$$\frac{W}{S} = \frac{I}{L} \cdot 0{,}69.(T_A^{1,64} - T_B^{1,64}) \cdot 10^{-3} ,$$

soit approximativement : $\frac{W}{S} = \alpha \cdot \frac{1}{L}$, où L est la distance entre les parois.

La figure 15 représente une synthèse des divers résultats. La pression portée en abcisse est la pression qui règnerait dans une enceinte à la température T_A remplie d'hélium à la densité ν . C'est donc la pression qui règne dans l'enceinte à vide avant que l'on ait commencé à évaporer l'hélium sous pression réduite.

On a négligé la variation du paramètre θ .

B. - 2.5. - Conclusion

La figure 15 contient les éléments essentiels nécessaires à l'analyse, en fonction de la pression initiale dans l'enceinte isotherme à $4,2^{\circ}K$, des divers aspects de l'isolement thermique. Elle met en évidence les deux facteurs qui limitent le flux thermique indépendamment de la pression initiale ; la condensation de l'hélium-4 sur la paroi froide (horizontales en trait plein) et l'apparition du régime laminaire (horizontales en tirets).

La distance entre les parois variant entre 1 et 20 mm, ce dernier facteur n'intervient que pour des pressions supérieures, respectivement, à 10^{-3} et 5.10^{-5} mm.Hg.

La condensation fournit un isolement suffisant, inférieur à $5.10^{-3} W/m^2$ si la température de la paroi froide est inférieure à $0,42^{\circ}K$ (la quantité d'hélium-4 est insuffisante pour qu'il y ait transfert de liquide entre les parois).

Si le régime d'échange est moléculaire (sans condensation), le flux thermique est proportionnel à la pression initiale qui doit donc être la plus faible possible.

Ainsi, pour obtenir un isolement suffisant ($\leq 5.10^{-3} W/m^2$), quelle que soit la température de la paroi froide, supérieure à $0,42^{\circ}K$, le groupe de pompage doit permettre d'obtenir une pression initiale inférieure à 5.10^{-7} mm.Hg, ce qui nous a amenés à implanter une pompe à adsorption .

La mesure des pertes thermiques à diverses températures montre que cette condition est effectivement réalisée.

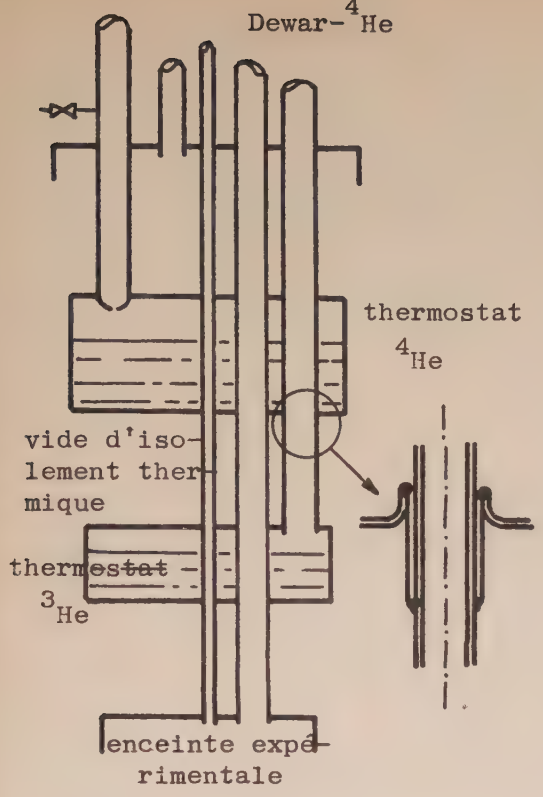


Figure 16

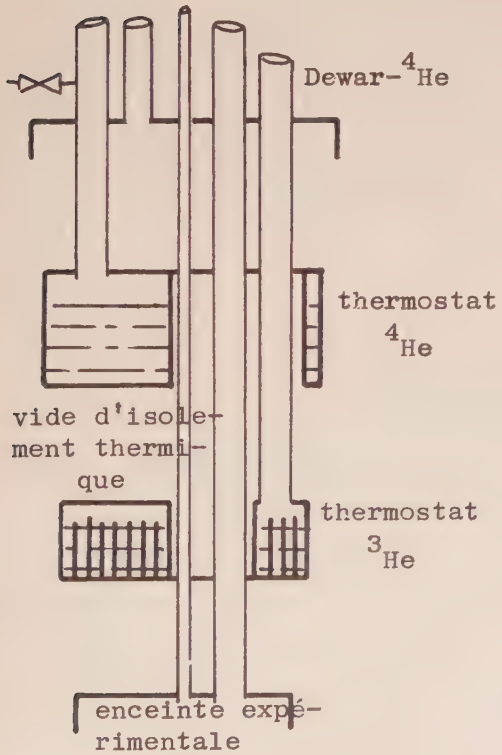


Figure 17

B - 3 Thermostat-^{4}He

B.3.1. - Réalisation

Le thermostat-^{4}He est un récipient d'une capacité d'environ 50 cm^3 dont le remplissage est effectué à travers une petite vanne à pointeau située dans le Dewar-^{4}He, ou éventuellement par condensation.

Ce récipient est traversé (fig.16) par les tubes d'amenée de mouvement, d'hélium-3 et de gaz d'échange, qui se trouvent ainsi thermalisés. L'étanchéité de ce récipient vis à vis de ces trois tubes est particulièrement impérative puisque toute fuite entrainerait la pollution de l'hélium-3.

Deux récipients ont été réalisés. Le premier est en acier inoxydable entièrement soudé, le raccordement des divers tubes y étant réalisé par des collets intermédiaires permettant un soudage sans déformation et un formage des tôles au-dessous de leur allongement avant rupture. Il est toutefois, nécessaire, dans cette technique, d'utiliser des tubes d'amenée dont l'épaisseur permet un soudage aisé (0,3 à 0,5 mm), ce qui grêve l'autonomie des thermostats. Le souci d'amincir les tubes et d'augmenter leur longueur pour abaisser la consommation d'hélium-4 et d'hélium-3

nous a amenés à réaliser les thermostats en cuivre selon la géométrie de la figure 17. Les tubes d'amenée ont une épaisseur de 0,1 à 0,2 mm et sont maintenant brasés. Tout risque de pollution est évité.

B. 3.2. - Caractéristiques thermiques

Le flux calorifique arrivant sur le thermostat-^{4}He est essentiellement dû (en dehors de la période de condensation de l'hélium-3) aux divers tubes qui y accèdent.

Le point le plus chaud de ces tubes se trouvant à $4,2\,^{\circ}K$, on peut considérer que le mécanisme de conduction dans ces tubes est purement électronique ; on a donc pour l'acier inoxydable :

$$\lambda \simeq 0,8.10^{-3} \cdot T \left(W \cdot cm^{-1} \cdot {}^{\circ}K^{-1} \right)$$

La puissance totale transmise par les tubes est donc

$$W(T) = \frac{S}{L} \int_T^{4,2} 0,8.10^{-3} \cdot T \, dT = \frac{S}{L} \cdot 0,4.10^{-3} \left[(4,2)^2 - T^2 \right] ,$$

où S est l'aire de la section des divers tubes
et L leur longueur.

On obtient dans le cas le plus défavorable où la température T du thermostat est $1\,^{\circ}K$ et pour le premier thermostat construit (3 tubes de diamètre 4 × 5 mm et 1 de diamètre 2 × 3 mm, longueur 5 cm)

$$W(1\,^{\circ}K) \simeq 4.10^{-4} \text{ W} .$$

Cette puissance a été ramenée à 10^{-4} W dans la nouvelle version. Lorsque l'hélium-4 du thermostat est évaporé au-dessous du point λ, le film superfluide introduit des pertes thermiques supplémentaires. Mais celles-ci ont été ramenées à 5.10^{-5} W grâce à un petit étranglement de 2 mm de diamètre au départ du tube de pompage.

Les pertes par rayonnement sont tout à fait négligeables ($\simeq 10^{-8}$ W) car l'enceinte à vide constitue un écran à $4,2^{\circ}K$.

Quant aux pertes par conduction gazeuse, elles sont elles aussi négligeables, compte tenu du vide couramment réalisé (B.2.5.).

La consommation totale en hélium-4 a été effectivement mesurée en recueillant sur une cuve à eau, l'hélium refoulé par le groupe de pompage. Le débit mesuré de 10 cm^3 N.T.P. de gaz par minute correspond à une puissance :

$$W_{tot}\ (1^{\circ}K) \simeq \frac{10}{22400 \times 60} \times 4 \times 18 = 5,3.10^{-4}\ W\ .$$

Ce résultat montre que, compte tenu des approximations faites et de l'imprécision sur la valeur de la conductivité thermique de l'acier utilisé, les pertes thermiques sont effectivement dues à la conduction dans les divers tubes.

B. 3.3. - Refroidissement . Autonomie

La capacité calorifique de l'hélium liquide est très supérieure à celle de l'ensemble du thermostat et de l'enceinte expérimentale. On peut donc considérer que pendant la période de refroidissement l'évaporation lente de l'hélium liquide ne sert qu'à son propre refroidissement. On a donc :

$$L(T)\, dm = m\, C(T)\, dT ,$$

où $L(T)$ est la chaleur latente d'évaporation de l'hélium liquide à la température T, $C(T)$ sa chaleur spécifique ; m est la masse d'hélium liquide.

Il vient :

$$\frac{dm}{m} = \frac{C(T)}{L(T)}\, dT ,$$

soit :
$$\mathrm{Log}\, \frac{m}{m_o} = \int_{4,2}^{T} \frac{C(T)}{L(T)}\, dT ,$$

où m_o est la masse initiale d'hélium liquide.

L'intégration peut être faite numériquement sur un diagramme enthalpique. Le résultat est représenté sur la figure 18. Il est alors intéressant de déterminer l'autonomie résiduelle que seul le premier passage au point λ grève pratiquement.

La masse résiduelle à $1^{\circ}K$ est environ :

$$0,48.50.0,12 = 2,9 \text{ g} .$$

Compte tenu de la chaleur latente de vaporisation à cette température (18 J/g environ) et pour une puissance thermique incidente de 5.10^{-4} W environ, l'autonomie est à cette température de l'ordre de 24 heures.

D'autre part, on peut écrire :

$$\frac{dT}{dt} = \frac{L(T)}{C(T)} \cdot \frac{1}{m} \cdot \frac{dm}{dt} ,$$

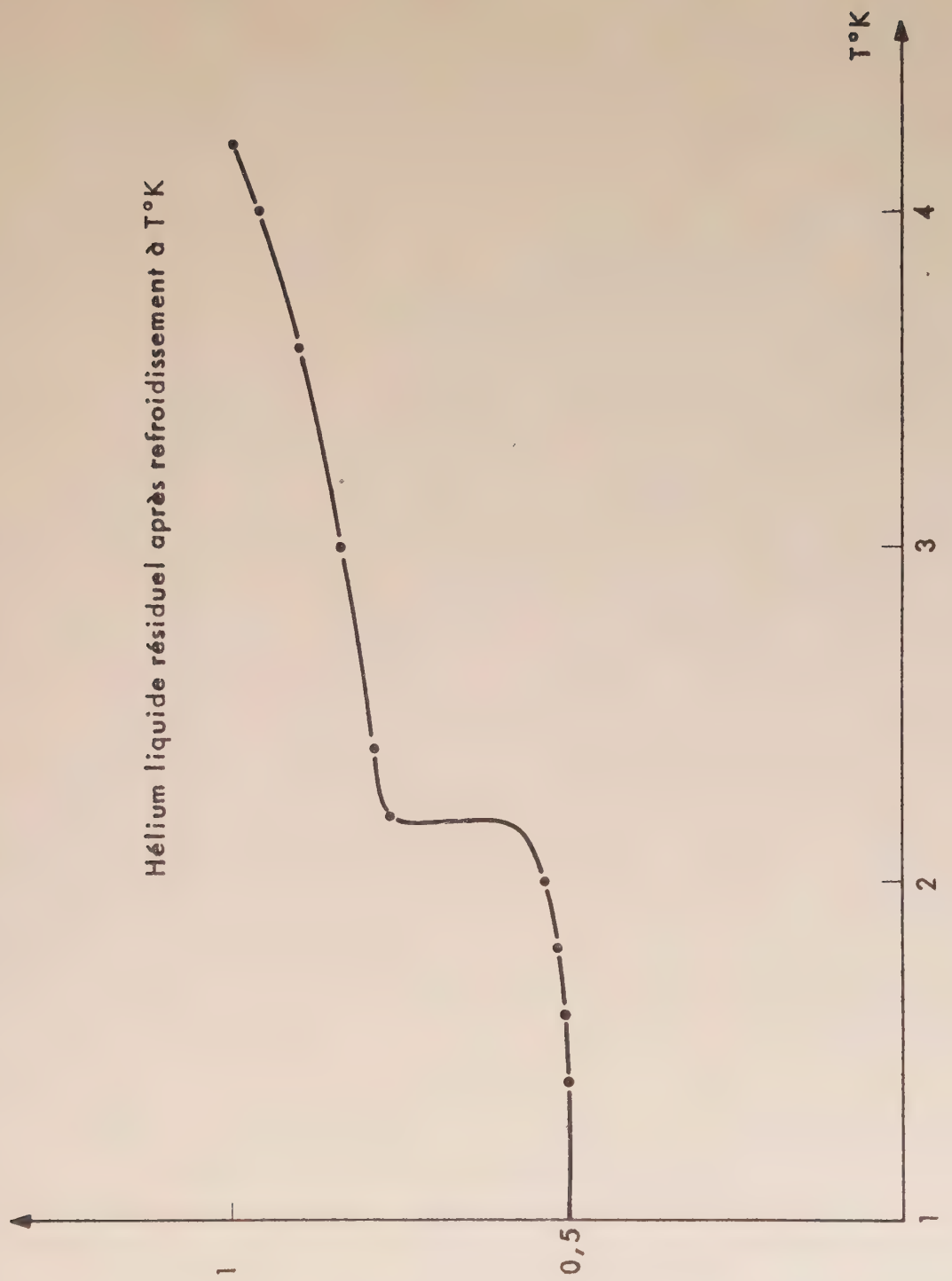

Hélium liquide résiduel après refroidissement à T°K
T°K
1
2
3
4
1
0,5

Figure 18

où t est le temps.

Dans cette équation, $\frac{dT}{dt}$ est la vitesse d'évolution de la température et $\frac{dm}{dt}$ est caractéristique du système de pompage.

Il est ainsi clair que, si l'on désire obtenir un réglage rapide de la température, on a intérêt à utiliser une petite quantité de fluide (facteur $\frac{1}{m}$) et un système de pompage possèdant un bon débit.

Avec le système décrit ici (fig.1), au voisinage de $1^{o}K$ (seul cas où le débit d'hélium-4 est voisin du débit de la pompe à palettes, soit 25 m^3/h), on obtient une stabilisation de la température à mieux que $10^{-3}{}^{o}K$ en un temps de l'ordre d'une minute. Dans les cas les plus défavorables, ce temps ne dépasse pas cinq minutes.

B. 3.4. - Température limite

Le calcul des pertes thermiques du thermostat-^{4}He (conduction métallique) montre que celles du thermostat-^{3}He seront conditionnées par la température limite atteinte dans le thermostat-^{4}He, qui doit donc être la plus basse possible. Par ailleurs, si cette dernière se trouve trop élevée, une quantité importante d'hélium-3 ne pourra être condensée et sera par conséquent immobilisée inutilement.

La figure 19 permet de déterminer, compte non tenu des éventuelles pertes de charge dans la canalisation de pompage, la température limite atteinte dans le thermostat-^{4}He selon la pompe utilisée et la puissance dissipée dans le thermostat.

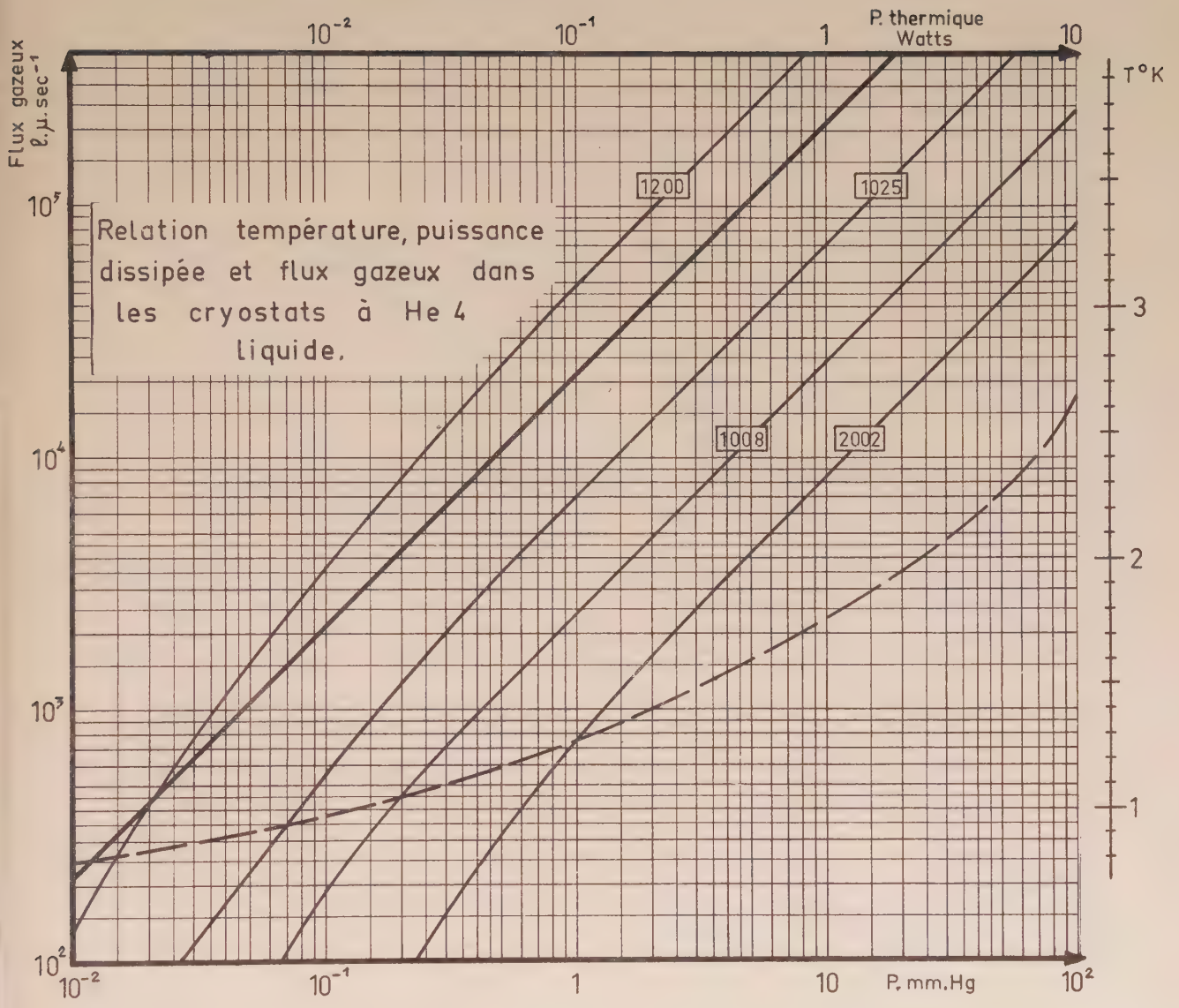

Flux gazeux
ℓ.μ.sec⁻¹
P. thermique
Watts
T°K
Relation température, puissance dissipée et flux gazeux dans les cryostats à He 4 liquide.
1200
1025
1008
2002
P, mm.Hg

Figure 19

Elle groupe une courbe de tension de vapeur de l'hélium-4 (trait discontinu) ainsi que les courbes de flux gazeux de différentes pompes en fonction de leur pression d'aspiration (trait continu fin) . Ce flux gazeux est transcrit en puissance frigorifique disponible dans l'hélium-4 (trait continu épais) en prenant une valeur moyenne pour la chaleur latente de vaporisation de celui-ci.

On a envisagé l'utilisation de 4 pompes différentes :

1200	un étage	200 m^3/h
1025	un étage	25 m^3/h
1008	un étage	8 m^3/h
2002	deux étages	2 m^3/h.

Il reste, pour tirer parti de ce diagramme, à tenir compte des éventuelles pertes de charge.

B. 3.5. - Evaluation des pertes de charge

Il existe un fort gradient de pression et de température le long des canalisations et, aux basses pressions, le régime d'écoulement n'y est pas uniforme.

Dans une canalisation cylindrique, de longueur l et de rayon r , la différence de pression entre ses extrémités est, en supposant le régime d'écoulement laminaire :

$$\Delta P = \frac{8.Q.\mu.l}{\pi.r^4.\rho} ,$$

où Q est le débit massique du fluide

μ sa viscosité dynamique

ρ sa masse volumique.

On a : $\mu = \frac{1}{3} \cdot \rho \cdot C.L.$ (réf.6)

où C est la vitesse quadratique moyenne des particules

et L leur libre parcours moyen.

$$L = \frac{1}{\sqrt{2}.\pi.\sigma^2.\nu} \quad , \quad \nu = \frac{P}{kT} \quad .$$

Il vient en explicitant :

$$P.\ dP = \frac{8}{3\ r^4} \cdot \frac{dm}{dt} \sqrt{\frac{3RT}{M}} \cdot \frac{kT}{\pi^2\sqrt{2}\ \sigma^2} \cdot d\ell$$

Pour l'hélium-4, en reliant le débit massique Q à la puissance W dissipée dans le thermostat, on obtient :

$$P.\ dP = 0{,}355.10^{-6}\ \frac{W}{r^4} \cdot T^{3/2}(\ell).\ d\ell \qquad \text{(syst. MKSA)}$$

[on a pris $\sigma_{moyen} = 2{,}5.10^{-10}$ m.]

L'expression précédente cessera d'être valable dès que le libre parcours moyen moléculaire sera supérieur au diamètre hydraulique des canalisations. Dans ce cas il faudra écrire (réf.7) :

$$dp = \frac{3}{4\sqrt{2\pi}} \cdot \sqrt{\frac{RT}{M}} \cdot \frac{Q}{r^3} \cdot d\ell \ ,$$

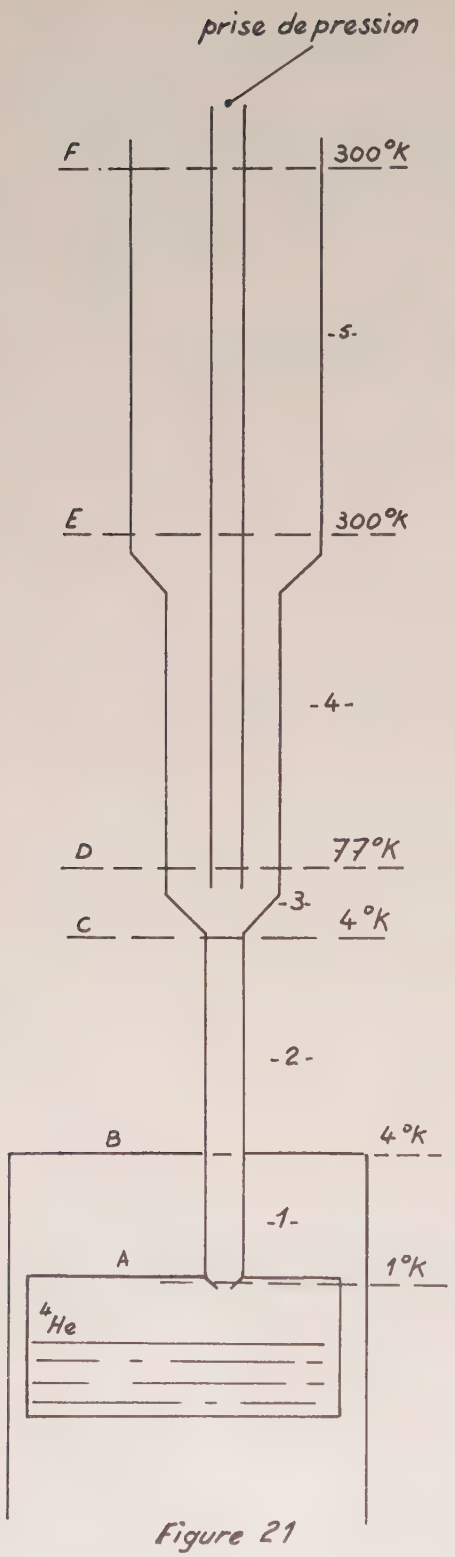


Figure 21

zone	domaine de température	longueur (m)	r(m)	T($^{\circ}$K)
1	1-4,2°K	8.10^{-2} m	2.10^{-3}	$37,5\ell+1$
2	4,2°K	2.10^{-1}	2.10^{-3}	4,2
3	4,2°K-77°K	2.10^{-2}	conique	
4	77-300°K	3.10^{-1}	$12,5.10^{-3}$	$750\ell+77$
5	300°K	10	25.10^{-3}	300

---

zone	point	régime	perte de charge µHg	Pression µ.Hg microns
	A			120
1		laminaire	2	
	B			118
2		laminaire	8	
	C			110
3			0	
	D			110
4		moléculaire	7	
	E			103
5		moléculaire	28	
	F			75

soit dans le cas de l'hélium-4 :

$$dp \simeq 7.10^{-4} \cdot \frac{W}{r^3} \cdot T(\ell)^{1/2} \cdot d\ell \cdot \qquad \text{(syst. MKSA)}$$

La loi de variation de T en fonction de ℓ reste à préciser. Ceci pourrait donner lieu à un développement fort compliqué, mais pour obtenir un simple ordre de grandeur des pertes de charge, on supposera que dans chaque section de canalisation où r est constant cette loi est linéaire.

Dans la pratique, on sépare la canalisation en 5 portions (fig.21), dont les caractéristiques sont résumées dans le tableau joint. Un deuxième tableau groupe les résultats numériques pour une puissance : $W \simeq 5.10^{-4}$ W.
(les pertes de charge dans la partie conique 3 ont été négligées)

Ces résultats montrent que les dimensions des canalisations sont bien adaptées à leur fonction. Toutefois, la lecture de pression étant faite au niveau de la zone 3, on voit que les pertes de charge introduisent une erreur systématique d'environ 10 microns Hg sur la pression, soit environ 10^{-2} °K sur la température au voisinage de 1°K. En fait ceci est sans gravité car dans le cryostat mixte la mesure de température est faite au voisinage de 1°K grâce à la tension de vapeur de l'hélium-3. Mais dans le cryostat sans hélium-3 utilisé pour la désaimantation adiabatique, il est nécessaire pour obtenir une meilleure précision sur la température d'utiliser des canalisations de plus gros diamètre dans la partie froide. Ceci a été fait, les tubes utilisés dans ce dernier appareil ayant un diamètre intérieur de 7,7 mm. L'erreur de mesure sur la température est alors ramenée au-dessous de 10^{-3} °K au voisinage de 1°K.

Notons pour terminer que le système de réglage de pression au-dessus du thermostat-^{4}He s'avère très efficace, la température restant constante à long terme à 10^{-4} °K près environ. Aux pressions élevées cette stabilité doit être attribuée à la stabilité de la pression de référence, qui est celle du gazomètre de récupération, aux basses pressions à la stabilité de fonctionnement de la pompe qui a été modifiée de sorte qu'aux pressions moyennes l'échauffement du corps de pompe n'entraine pas le grippage des palettes.

B - 4 Thermostat-^{3}He

B. 4.1. - Réalisation et caractéristiques thermiques

Deux types de cryostats à hélium-3 sont habituellement utilisés. Le liquéfacteur continu, adapté aux expériences de longue durée, et l'évaporateur rempli d'hélium-3 préalablement condensé.

Dans le liquéfacteur, le débit d'hélium gazeux aspiré par le groupe de pompage correspond aux pertes thermiques du thermostat et est accru de la fraction d'hélium non liquifié. A température limite égale, il nécessite une canalisation et un groupe de pompage plus importants. La stabilité de température y est liée à celle du débit d'hélium non liquifié, donc à la température et à la pression de celui-ci avant détente ; ou encore à la stabilité de température et au niveau d'hélium-4 liquide bouillant sous pression réduite au contact duquel il est refroidi, ainsi qu'à la pression de refoulement du compresseur.

Pour ces deux raisons, nous avons jugé plus adapté à nos besoins d'utiliser un simple évaporateur à hélium-3.

Les schémas 16 et 17 représentent les deux versions consécutives de l'ensemble - thermostat-^{3}He et thermostat-^{4}He -.

Une fuite accidentelle entre hélium-3 et hélium-4, dûe à la corrosion nous a conduits à reconstruire l'ensemble thermostatique dans sa version 17. Le bas de la canalisation de pompage à hélium-3 ne comporte en effet aucun étranglement ; il suffit qu'une faible quantité d'hélium-4 y soit introduite pour qu'un film de Rollin établisse un contact thermique entre les deux thermostats, ce qui rend le thermostat-^{3}He pratiquement inutilisable.

La modification essentielle réside dans la suppression totale des risques de fuite entre l'hélium-4 sous basse pression et l'hélium-3.

Les pertes thermiques du thermostat-^{3}He sont de 20 μ W. Sa capacité est de 2,5 cm^3 et la quantité d'hélium-3 utilisé de 2 litres NTP. L'autonomie moyenne dont on dispose est de dix heures et la puissance maximale que le thermostat peut absorber est de l'ordre du milliwatt.

B. 4.2. - Température limite

Le débit de gaz issu du thermostat-^{3}He est le $\frac{1}{50}$ de celui du thermostat-^{4}He ; il est essentiellement déterminé par les tubes qui y accèdent. A 0,35 ^oK, la tension de vapeur de l'hélium-3 est de 8,169 μ Hg, le libre parcours moyen moléculaire de la vapeur saturante est $8,75.10^{-4}$ cm. Un calcul de pertes de charge analogue à celui déjà fait pour l'hélium-4 donne, entre 0,35 et 4 ^oK et pour une puissance de 10 μ W, une diminution de pression de 0,5 μ Hg. L'erreur systématique faite sur la mesure de température est de 10^{-3} ^oK. Les pertes de charge ne sont pas un facteur déterminant dans le choix du groupe de pompage, elles n'ont pas non plus une grande influence sur la valeur limite de la température atteinte.

La tension de vapeur, par contre, qui est très faible (beaucoup plus basse que celle qui nous interesse dans le thermostat-^{4}He), le fait que certaines expériences dégagent une puissance thermique élevée (1 m W), exigent un mode de pompage très adapté.

La figure 23, permet, d'une manière analogue à la figure 19, d'établir le choix du matériel de pompage à hélium-3. Elle s'en différencie seulement par le fait qu'elle présente plusieurs courbes d'équivalence entre le flux d'hélium-3 et la puissance frigorifique disponible à son évaporation ; ceci est dû à ce que la chaleur latente d'évaporation de l'hélium-3 varie notablement

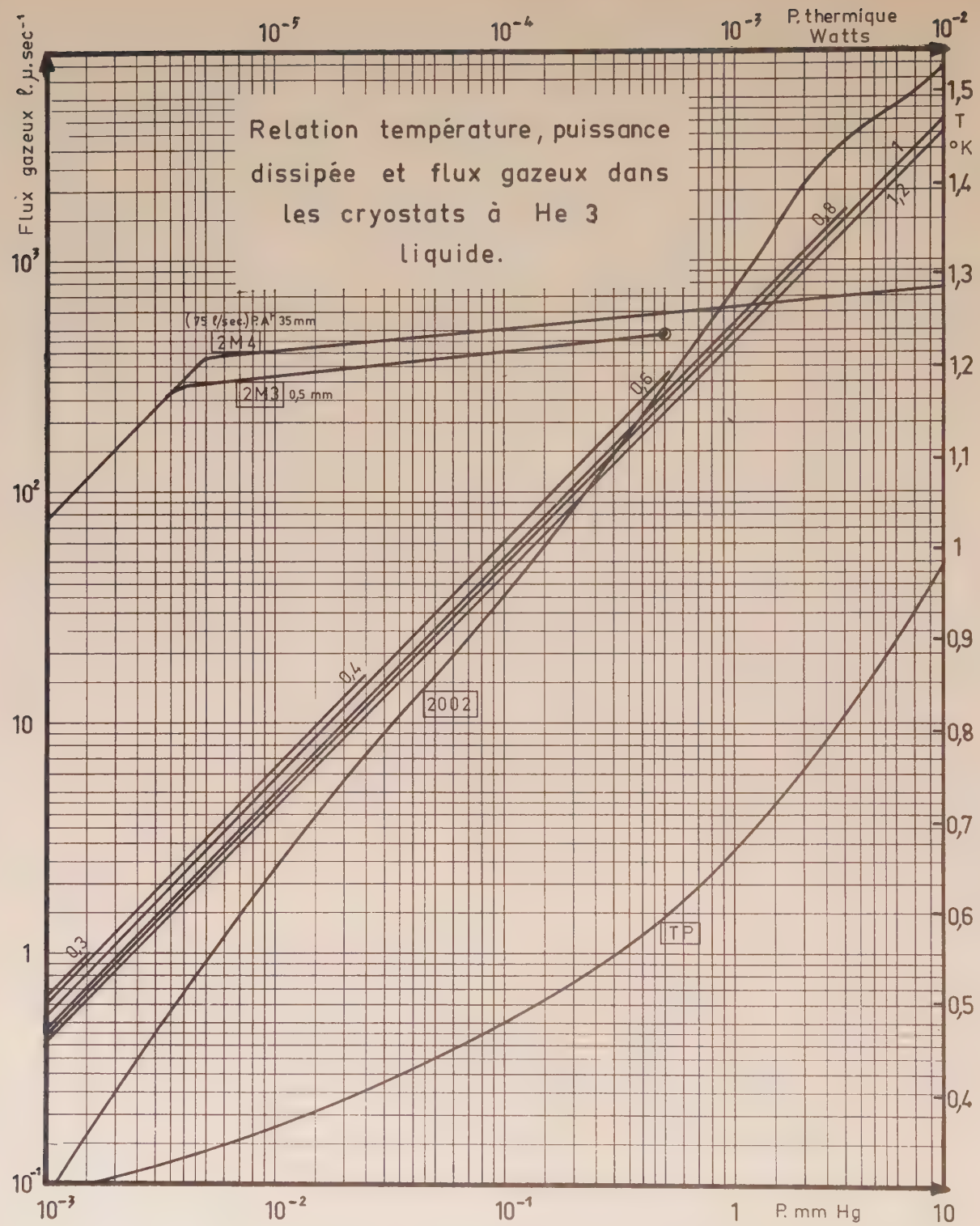

Relation température, puissance dissipée et flux gazeux dans les cryostats à He 3 liquide.
Flux gazeux ℓ.μ.sec⁻¹
P. thermique Watts
T °K
P. mm Hg
(75 ℓ/sec.) P.A.ᴿ 35 mm
2M4
2M3 0,5 mm
2002
TP
0,3
0,4
0,6
0,8
1
1,2

Figure 23

dans la zone considérée.

Les diagrammes de flux de trois pompes y sont représentés :

2M4 : pompe à diffusion de mercure (pression d'amorçage 35 mm Hg)
2M3 : pompe à diffusion de mercure (pression d'amorçage 0,5 mm Hg)
2002 : pompe mécanique à deux étages (débit nominal $2 m^3/h$)

B. 4.3. - Circuit de pompage

L'hélium-3 est manipulé à l'aide d'une pompe à diffusion et éjection de mercure de 80 litres/seconde (2M4) dont la pression d'amorçage de 35 mm Hg est assez élevée. Cette pompe sert à compresser l'hélium-3 lors de sa condensation, et à l'évaporer sous pression réduite ; elle le refoule alors dans un récipient de 50 litres où il est stocké entièrement sous une pression de 30 mm Hg (fig.1).

Le thermostat est en cuivre ; on le protège du mercure distillé, rétrodiffusé ou diffusé suivant la manipulation faite sur l'hélium-3, en intercalant entre le banc de pompage et l'ensemble cryostatique, un piège à azote liquide.

* Le piège réalisé (fig.24), appelé piège isolé, est traité comme le matériel cryogénique de stockage. Dans ce but, il est muni d'un vide d'isolement thermique statique qui lui est propre. Ses pertes thermiques ne sont donc pas tributaires de la pression du gaz manipulé, ni des condensats piégés. Sa contenance est de cinq litres et son autonomie de plusieurs jours ; le mercure piégé ne peut donc se distiller dans le thermostat car le piège se réchauffe bien après la fin de l'expérience.

Figure 24

Piège à N_2 liquide "isolé"

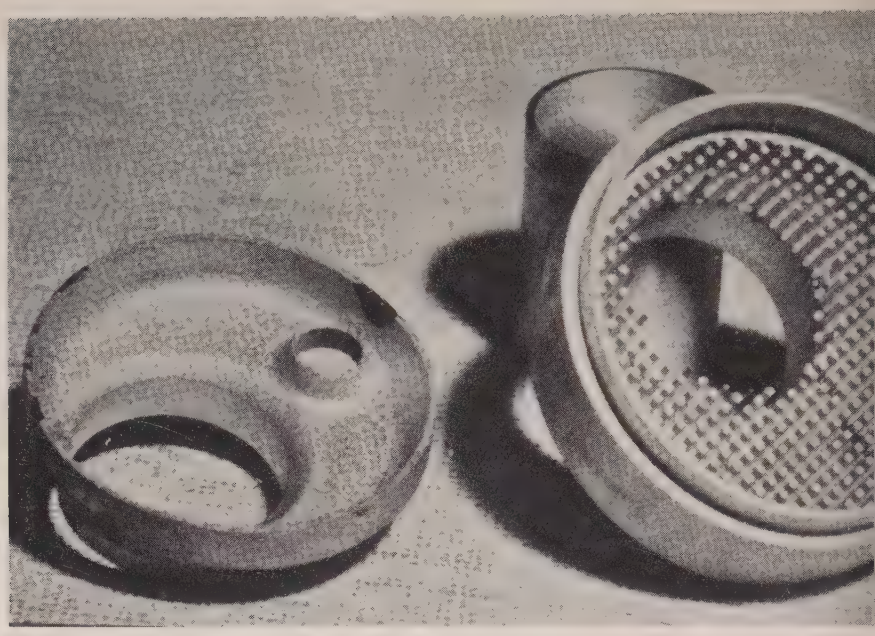
échelle 1/5

* Les robinets à fuite utilisés pour le réglage de la pression d'aspiration de l'hélium-3 sont munis de pointeaux à très faible conicité mais de gros diamètre. Les sièges de ces robinets sont escamotables, faits en téflon et permettant d'obtenir des réglages sensibles jusqu'aux faibles débits. Leur commande est à soufflet métallique et ils possèdent une fermeture de sécurité. Enfin ils sont réalisés en acier inoxydable, ce qui les rend insensibles à la présence du mercure.

* La régulation de pression est faite par étranglement de la ligne de pompage et réinjection à partir d'une petite réserve située au refoulement de la pompe. Cette petite réserve est maintenue au voisinage de la pression maximale de refoulement de la pompe et se déverse dans le récipient de stockage à travers un robinet à fuite. La réinjection sur l'aspiration est donc faite à partir d'une pression sensiblement constante et son débit ne dérive pas avec la pression régnant dans le récipient de stockage.

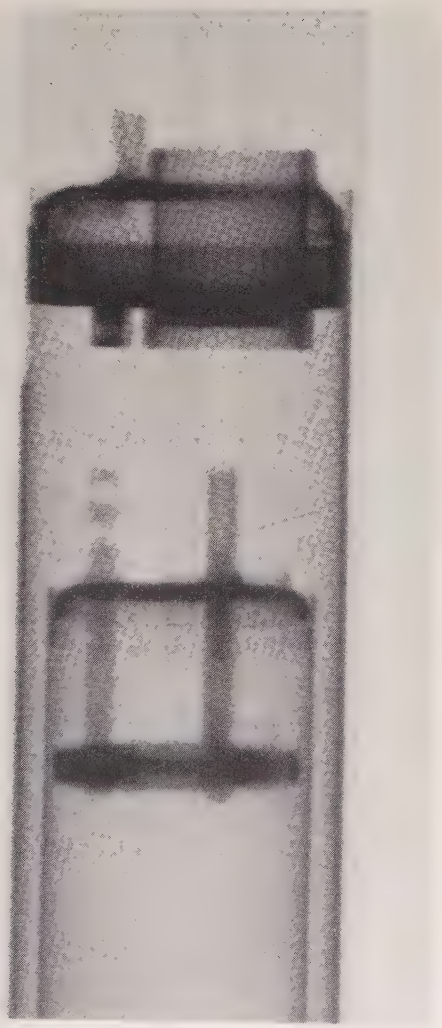
* L'utilisation d'une simple pompe à diffusion dans le circuit de pompage s'avère en fait moins pratique que séduisante car, même si la pression d'amorçage de cette pompe est élevée, sa vitesse de pompage reste faible aux hautes pressions et son fonctionnement instable (fig.24).
- Le réglage de température manque donc de souplesse. Une pompe mécanique étanche sera prochainement introduite dans le circuit pour palier à ces inconvénients.

Figure 25



Thermostat-^{3}He avant montage (échangeur Kapitza)

Figure 26



Gammagraphie du thermostat-^{3}He et du haut de l'enceinte expérimentale

B - 5 Enceinte expérimentale

B. 5.1. - Limitation de la puissance dissipée aux basses températures

Les mécanismes de conduction thermique disparaissent à basse température, ce qui entraîne de grandes difficultés pour la réalisation d'expériences impliquant la dissipation d'une puissance thermique appréciable.

Entre l'hélium-3 liquide bouillant dans le thermostat à une température donnée et l'échantillon situé en dehors existent différentes impédances thermiques.

Dans le cas de notre appareil, interviennent successivement trois impédances thermiques :

① - La résistance thermique de Kapitza, dûe à la différence entre les mécanismes de conduction thermique dans le liquide (phonons) et les parois du thermostat (électrons) . (référence 8)

Dans le cas de l'hélium-3, cette résistance est $R = \frac{130}{T^2} \left(\frac{cm^2 . {}^oK}{W}\right)$.

Typiquement, on transfère une puissance de 1 μ W à travers une surface de 100 cm^2 à 0,3 ^oK sous une différence de température de 14.10^{-6} ^oK.

La surface de transfert a été augmentée artificiellement par électrousinage (figures 25 et 26) du thermostat-^{3}He, de sorte que la résistance thermique de Kapitza ne soit jamais un facteur limitatif déterminant.

② - La résistance due à l'utilisation d'un gaz d'échange pour connecter thermiquement l'échantillon à l'enceinte expérimentale.

Pour une puissance de 1 μ W dissipée dans un échantillon de surface 10 cm^2 et situé à 0,5 cm des parois de l'enceinte expérimentale, l'écart de température sera tel que :

$$dW = \frac{S}{L} \cdot 0,69.\ 1,64 \cdot T^{0,64} \cdot dT \cdot 10^{-3}$$

(calcul de conduction thermique gazeuse en régime laminaire : paragraphe B.2.4 première partie).

Cette puissance sera donc évacuée sous une différence de température d'environ 6.10^{-3} °K à 0,5°K.

③ - L'impédance thermique entre le thermostat ^3He et les parois de l'enceinte expérimentale peut être complètement négligée puisque celles-ci sont en cuivre.

Il apparaît donc que le facteur le plus limitatif est celui attaché à l'impédance thermique gazeuse. Dans le cas d'une expérience à forte puissance on devra donc mesurer la température de l'échantillon à l'aide d'un thermomètre secondaire mis en contact direct avec celui-ci et préalablement étalonné.

B.5.2. - Réalisation

L'enceinte expérimentale est reliée aux thermostats directement ou par l'intermédiaire d'une impédance thermique, suivant le choix qu'on aura fait de diriger ou de réguler sa température (A.2.2.). Trois géométries d'enceinte peuvent être choisies. Par ailleurs cette enceinte doit être isotherme pour que

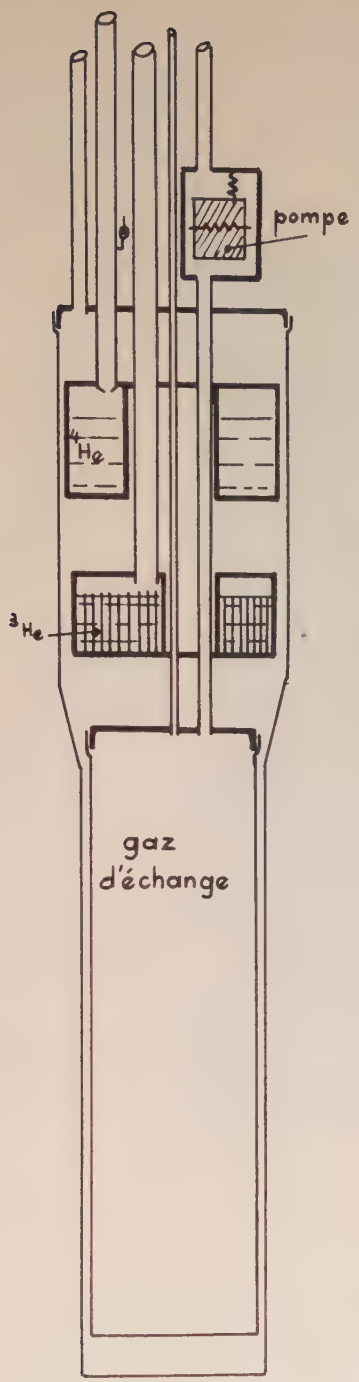


Figure 27

la mesure de température ait un sens. Or, certaines expériences étant effectuées dans un fort champ magnétique, on est conduit à concevoir une enceinte qui ne soit pas en cuivre massif pour qu'elle ne soit pas chauffée par courants de Foucault, lorsqu'on fait varier le champ. La plupart du temps, l'enceinte est faite avec un tube d'acier inoxydable ou de laiton très mince et le cuivre est déposé électrolytiquement en bandes sur six de ses génératrices, parallèlement au champ. Ainsi, la conductivité électrique dans un plan normal au champ est réduitetandis que la conductibilité thermique longitudinale est conservée (figure 11).

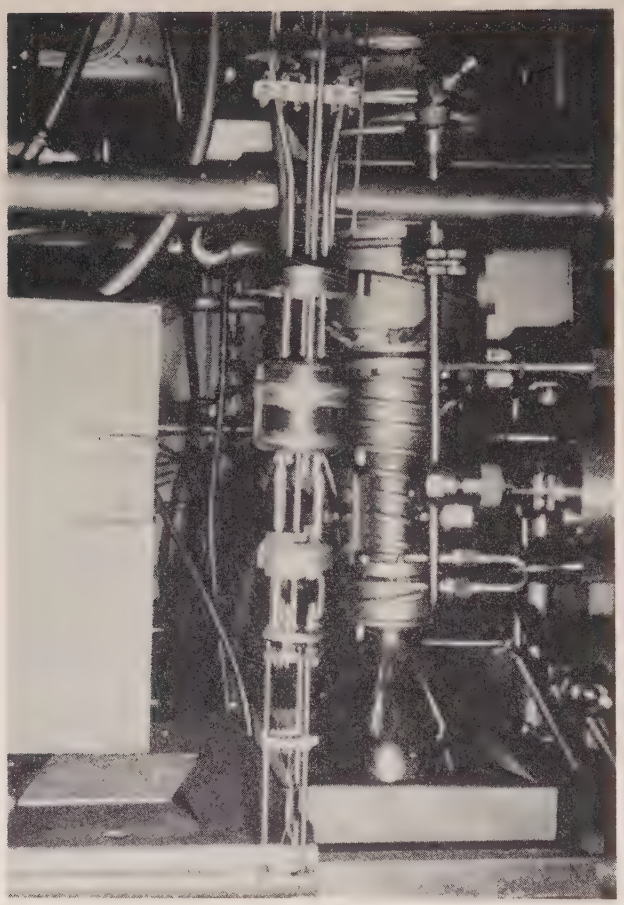
Les tubes utilisés sont des ébauches de soufflets métalliques; ils sont munis d'un fond et leur épaisseur est de $\frac{1}{10}$ ou $\frac{2}{10}$ de mm.

L'étanchéité et le mode de fixation de l'enceinte expérimentale répondent aux mêmes exigeances que ceux de l'enceinte à vide.

* Les connexions utilisées sont disposées sur une platine dans la partie supérieure de l'enceinte.

Les passages isolés sont ramenés à la température ambiante, dans le haut du tube d'accès

Figure 28



Accès à l'enceinte expérimentale, plaquette de connexions, platine, montage d'un échantillon.

du gaz d'échange. Leur étanchéité est ainsi moins aléatoire. Les conducteurs sont des fils de manganin de diamètre : 0,1 mm thermalisés lors de leur descente par collage à la paroi du tube avec un ciment organique ou un vernis type "basse température" soluble dans le mélange alcool-toluène. A leur arrivée dans l'enceinte expérimentale, les conducteurs sont enroulés et thermalisés une dernière fois autour d'un pion en cuivre. (figure 28).

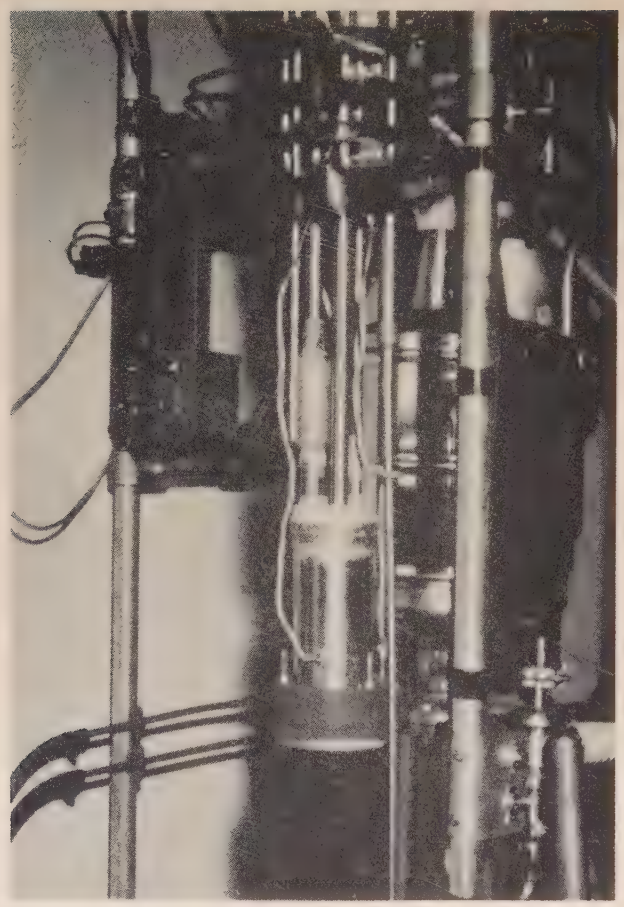
* Un tube axial de diamètre intérieur 2,5 mm accède directement dans l'enceinte expérimentale, il permet d'introduire un mouvement de translation et de rotation dans l'enceinte expérimentale. Un passage de mouvement étanche est adapté en haut de ce tube.

B. 5.3. - Circuits extérieurs

Le gaz d'échange choisi est l'hélium-3. Il est traité avec un groupe de pompage extérieur et manipulé pendant les expériences avec une pompe à adsorption à charbon (figure 29), thermalisée à $4{,}2^{\circ}K$. Cette pompe est située en dehors de l'enceinte à vide et l'hélium-3 qu'elle désorbe est réinjecté dans l'enceinte expérimentale après avoir été successivement ramené à $4^{\circ}K$, $1^{\circ}K$ et $0{,}3^{\circ}K$ (figure 27). De cette manière, la température de l'enceinte expérimentale n'est pas assujettie à celle de la pompe.

Les raisons qui nous ont amenés à utiliser de l'hélium-3 plutôt que de l'hélium-4 comme gaz d'échange sont que son adsorption se fait sensiblement sous la même pression limite, et qu'à la température atteinte, la tension de vapeur de l'hélium-4 est trop faible pour établir un contact thermique. Le vide serait bon certes, mais nous serions tentés de mettre trop d'hélium-4 pour

Figure 29



La pompe à adsorbant qui permet de manipuler le gaz d'échange est située dans une enceinte isotherme en cuivre, en dehors de l'enceinte à vide.

obtenir le contact et à ce moment, un film de Rollin s'établirait entre les thermostats. Le thermostat-^{3}He se réchaufferait ainsi d'ailleurs que l'enceinte expérimentale.

B. 5.4. - Conditionnement thermique

Quand l'enceinte est thermiquement dirigée (A.2.2.) sa température est celle du thermostat, compte tenu seulement de la puissance dissipée dans l'échantillon (B.5.1.). Les thermomètres qui y sont utilisés peuvent être en permanence étalonnés. Quand la température de l'enceinte est régulée, l'enceinte est reliée au thermostat par une impédance thermique et sa température pilotée, soit par une valeur affichée, soit par la température de l'échantillon. Le chauffage de l'enceinte est obtenu par la dissipation, dans une résistance chauffante de 400 Ω, en fil de manganin de diamètre 5 - 10/100 mm enroulé autour d'elle, du courant amplifié de déséquilibre d'un pont de comparaison. Ce deuxième conditionnement thermique nécessite un étalonnage préalable des thermomètres secondaires.

B. 6. - Mesure de température

B. 6.1. - Méthode

La méthode de mesure de la température repose toujours sur l'utilisation d'étalons secondaires, le laboratoire ne possédant aucun thermomètre à gaz.

Ces thermomètres secondaires sont :

- la tension de vapeur de l'hydrogène liquide ou solide.
- la tension de vapeur de l'hélium-4
- la tension de vapeur de l'hélium-3
- des résistances étalonnées au germanium dopé.

Il est permis d'espérer une précision absolue meilleure que 10^{-3} °K avec l'hélium-4 et l'hélium-3, que 10^{-2} °K avec l'hydrogène (à cause des difficultés liées à l'existence d'ortho et de parahydrogène) et les résistances au germanium. Cette précision est amplement suffisante dans la majorité des cas.

Toutefois les thermomètres à tension de vapeur ne sont pas d'un emploi très souple et à vrai dire un liquide cryogénique est bien plus un thermostat qu'un thermomètre. D'autre part, l'exploration d'une zone étroite de température exige l'utilisation d'un thermomètre secondaire conduisant à une définition de la température meilleure que celle fournie par un thermomètre à tension de vapeur.

Les thermomètres secondaires possédant une bonne diffusivité thermique, une faible capacité calorifique et permettant un repérage très précis de la température ne sont pas nombreux. Les plus utilisés sont les résistances de matériaux à caractère semi-conducteur, essentiellement germanium dopé et carbone aggloméré.

Ainsi, dans le cas où l'on n'exige pas une grande définition de la température (c'est-à-dire si l'on n'étudie pas un phénomène dépendant critiquement de la température), on se contentera de la détermination de celle-ci par mesure de tension de vapeur. Mais à chaque fois que l'on étudiera un phénomène très rapidement variable en fonction de la température (résistance d'un métal supraconducteur au voisinage de sa transition, anomalie Schottky de chaleur spécifique dans les matériaux magnétiques etc...) on utilisera un thermomètre à résistance qui sera propice à fournir des indications précises sur la vitesse de variation desphénomènes (largeur de transition par exemple), même si la précision absolue reste médiocre.

B. 6.2. - Mesure

La tension de vapeur des divers fluides est soit comparée à une pression de référence (le vide) dans un manomètre hydrostatique, soit mesurée directement dans une jauge à compression.

Les fluides hydrostatiques utilisés sont le mercure et le phtallate de butyle qui permettent une mesure continue précise entre une atmosphère et deux millimètres de mercure (2 mm Hg correspond environ à 26 mm de phtallate de butyle), les hauteurs de fluide étant mesurées au cathétomètre avec une précision éventuelle de $\pm$ 0,04 mm. Toutes corrections faites, on obtiendrait une précision absolue sur la température de 5.10^{-5} °K à 4°K et de 15.10^{-5} °K à 3°K. En fait, on se contentera le plus souvent d'une précision inférieure, ce qui permet de réduire notablement le temps de lecture.

La jauge à compression utilisée au-dessous de 2,4 mm Hg sur l'hélium-3 comporte 4 taux de compression, qui lui confèrent 4 gammes de mesure : 0-2,4 mm ; 0-0,24 ; 0-0,024 ; 0-0,0024 bien adaptées à la thermométrie à l'hélium-3. L'obtention d'une bonne précision semble plus précaire et à 0,5°K la

température n'est pas connue à mieux que 10^{-3} °K près. La mesure discontinue de la pression est un désavantage évident.

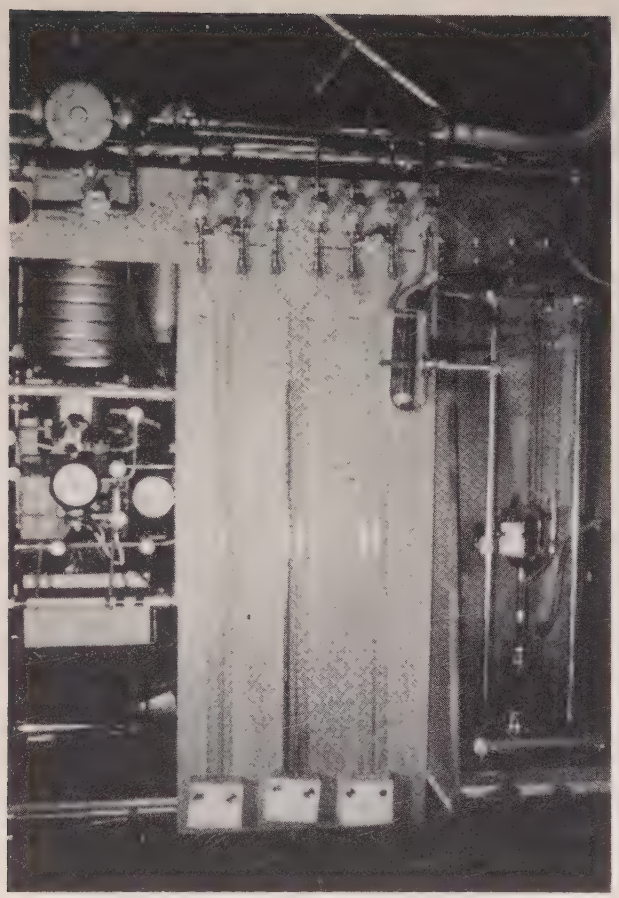
Les corrections à effectuer sont nombreuses. Elles sont dues :

- à la variation de la masse volumique du mercure avec la température (l'ordre de grandeur de la correction est 4.10^{-3} °K à 4°K environ pour une température ambiante de 20° centigrades.
- à la valeur du champ de gravitation local (qui est pratiquement identique à Saclay à celui figurant dans l'échelle ^{4}He-1958) : $\frac{g(saclay) - g(1958\ scale)}{g(1958\ scale)} < 2.10^{-4}$
- aux pertes de charge entre les thermostats et l'extrémité du tube de lecture de pression.
  Leur effet a été évalué aux paragraphes B - 3 et B - 4.

- à l'existence de gradients thermiques dans le fluide cryogénique dus à sa mauvaise conductibilité et à l'existence d'une pression hydrostatique dans le fluide lui-même.
  Ces effets ont été rendus négligeables d'une part en utilisant des thermostats de dimensions très réduites, d'autre part en réalisant ces thermostats en cuivre. De telles précautions permettent en particulier l'utilisation de l'hydrogène solide comme agent cryostatique.

- à l'existence de la pression hydrostatique du gaz.
  Cet effet n'est pas négligeable car la masse volumique du gaz à basse température est considérable. La répartition de température dans la colonne de gaz n'étant pas connue, cette correction ne peut être qu'évaluée. Elle est de l'ordre de 5.10^{-4}°K à 4°K dans notre appareil.

Figure 30



Manomètres utilisés pour mesurer la tension de vapeur de l'hélium-4 et de l'hélium-3. A droite, la jauge à compression.

- à l'effet thermomoléculaire.

Cet effet apparait lorsque le libre parcours moyen moléculaire cesse d'être négligeable devant le diamètre du tube de mesure de pression. A l'existence d'un gradient thermique le long de ce tube est liée celle d'un gradient de pression.

L'effet ne devient important pour des diamètres de tube de lecture de l'ordre du centimètre que pour des pressions lues inférieures à 100 μ Hg, donc dans le seul cas de l'hélium-3 au-dessous de 0,6°K. Pour un tube de diamètre 5,7 mm, on trouve pour une pression lue de 8,6 μ Hg

$$\frac{\text{pression au point froid}}{\text{pression au point chaud}} = 0{,}39 \qquad \text{(réf.9)}$$

Une température lue de 0,350°K donne une température corrigée de 0,317°K. Dans le dernier appareil construit, le diamètre du tube de lecture a été ramené à 10 mm. La correction d'effet thermomoléculaire y restera cependant considérable au-dessous de 0,4°K.

L'examen rapide de ces diverses corrections fait apparaître la difficulté qu'il y a à obtenir une bonne valeur absolue de la température et fait ressortir l'avantage à retirer de l'utilisation de thermomètres secondaires à résistance dont l'emploi est considérablement plus simple.

Les résistances au carbone couramment utilisées (Speers 470 Ω à la température ambiante) ne présentent qu'une fidélité médiocre après passage à la température ambiante ($\pm$ 10^{-2} °K). Il est donc nécessaire le plus souvent de les étalonner à chaque expérience. Mais un premier étalonnage soigné ayant été fait, le ré-étalonnage s'effectue rapidement à l'aide de quelques points dans la gamme de températuresutilisée. Elles sont insensibles à la pression de gaz qui les

entoure et peu sensibles à un champ magnétique extérieur. Lorsque leur capacité calorifique(probablement liée aux gaz adsorbés) est jugée trop grande ou leur diffusivité thermique insuffisante, elles peuvent être avantageusement remplacées par un film d' "Aquadag" dont le seul inconvénient est la mauvaise fidélité après passage à la température ambiante (liée partiellement à l'hygrométrie de l'atmosphère ambiante, donc encore à l'adsorption).

Leurs caractéristiques approximatives sont résumées dans le tableau ci-dessous :

T	20 ^{o}K	4 ^{o}K	1 ^{o}K	0,5 ^{o}K
R	700 Ω	1050 Ω	2500 Ω	5000 Ω
$\frac{dR}{dT}$	7 Ω/^{o}K	100 Ω/^{o}K	1500 Ω/^{o}K	10000 Ω/^{o}K

On obtiendra donc une amélioration considérable de la définition de la température en effectuant la mesure de ces résistances à une précision variant entre 10^{-5} et 10^{-4}. Il existe cependant un impératif quant à la dissipation autoriséepour effectuer la mesure. Expérimentalement, on remarque que si une des connections de la résistance est soudée sur le thermostat, la température de la résistance n'excède pas celle du thermostat de 10^{-4} ^{o}K pour des puissances dissipées dans la résistance inférieuresà 10^{-7} W.

Un pont de Wheatstone basse fréquence a été mis au point pour effectuer cette mesure (référence 10). La puissance dissipée pour la mesure est comprise entre 10^{-8} et 10^{-10} W et la précision relative varie entre 10^{-4} et 10^{-5}. Le courant de déséquilibre à sa sortie peut être mesuré à l'aide d'un galvanomètre et enregistré à l'aide d'un suiveur de spot. On dispose donc d'un enregistrement continu de la température, le courant de déséquilibre étant proportionnel à l'écart de la résistance de mesure et de la résistance d'équilibrage, donc à la différence entre la température et une température fixe connue. Une simple mesure de la sensibilité du pont permetdonc derelier ce courant de déséquilibre à la température.

B. 7 - Exemples d'utilisation

B. 7.1. - Mesures de moments magnétiques

On dispose d'un champ magnétique d'un maximum de 20 kilo-oersted dans lequel il est possible d'étudier l'aimantation d'un échantillon (matériau magnétique ou supraconducteur). Ce champ est parallèle à l'axe du cryostat et pour mesurer cette aimantation qui en général est parallèle au champ, il est nécessaire de déplacer l'échantillon dans l'axe du cryostat de manière à induire un signal électrique dans une bobine réceptrice (fig. 31).

L'échantillon est suspendu à l'aide d'un fil (éventuellement mécaniquement) et est thermalisé par le gaz d'échange. Ce fil est accroché à une tige métallique accessible à travers un presse-étoupe à température ambiante. A l'aide d'un moteur d'essuie-glace d'automobile comportant un arrêt automatique, on réalise grâce à une démultiplication et un système bielle-manivelle un mouvement alternatif reproductible de l'échantillon entre deux bobines réceptrices montées en opposition de façon à être insensibles au champ extérieur.

Le signal électrique aux extrémités de ces bobines est dirigé soit sur un fluxmètre à cadre, soit sur un galvanomètre balistique si la sensibilité est insuffisante.

On aboutit, entre autres, à une mesure de la susceptibilité magnétique

$$\chi = \frac{1}{V} \frac{M}{H}$$

(M moment magnétique de l'échantillon, H champ appliqué, V volume de l'échantillon) lorsque le champ magnétique est suffisamment petit. En fait il est alors nécessaire de compenser la composante verticale du champ magnétique terrestre ce qui est réalisé en faisant circuler un courant adéquat dans des bobines de

Figure 31

Mesure de l'aimantation d'une sphère de niobium. On remarque sur l'échantillon deux films d'"Aquadag" peints sur papier servant respectivement de thermomètre et de chaufferette pour une mesure de chaleur spécifique.

Helmoltz placées à l'extérieur du Dewar-N_2 (figure 6).

Signalons que les amenées de courant de la bobine supraconductrice créant des champs forts sont réalisées avec du feuillard de cuivre étamé d'épaisseur 0,05 mm. On s'assure ainsi d'une part que l'échange thermique entre les amenées et les vapeurs d'hélium-4 évaporé est excellent et que les pertes thermiques dues à ces amenées sont minimisées, d'autre part que l'effet joule dans les amenées de courant sera annulé dès que la température critique de l'étamage sera atteinte.

B. 7.2. - Effet tunnel

La caractéristique d'une jonction tunnel dépend fortement de la température et des essais ont été faits dans notre cryostat par le groupe d'Orsay sur des jonctions $Al/Al_2O_3/Pb,Bi$ 5 % pour obtenir des caractéristiques très au-dessous de la température critique de l'aluminium.

Les résistances des jonctions utilisables se situent entre 0,1 et 10 Ω, de sorte que pour des tensions souhaitables jusqu'à 10 m V, on pouvait atteindre des puissances dissipées de l'ordre du milliwatt. Les premiers essais ont conduit à un échec, une telle puissance ne pouvant être évacuée sous une différence de température raisonnable (B.5.1.). La diminution de la résistance Kapitza du thermostat-^3He apporta une certaine amélioration qui permit d'obtenir des résultats significatifs.

Une telle expérience illustre cependant bien les difficultés rencontrées pour dissiper une puissance importante.

B. 7.3. - Autres utilisations

Les mesures calorimétriques mises à part, d'autres expériences ont été réalisées. Citons une mesure de résistivité de divers échantillons de niobium, reposant sur la mesure du temps d'amortissement des courants de Foucault dans l'échantillon, ce qui montre qu'un tel appareillage est compatible avec l'utilisation d'une électronique assez rapide. Par contre, on rencontre des difficultés pour les mesures de susceptibilité faites en champ alternatif. En dépit de géométries élaborées pour la bobine créant le champ de façon à diminuer son couplage avec l'enceinte métallique, l'interprétation du terme d'absorption s'avère hasardeuse.

Il est raisonnable de conclure qu'un tel appareil offre des possibilités d'expérimentation très larges, mais qu'il n'est cependant pas universel.

DEUXIEME PARTIE

Cette partie de l'exposé sera plus spécialement consacrée aux mesures de chaleurs spécifiques. La notion de chaleur spécifique sera précisée d'une façon purement thermodynamique et on évoquera l'intérêt particulier de sa mesure à basse température. On déduira de la définition une méthode générale de mesure, découvrant ainsi les problèmes techniques que pose cette détermination. La méthode réelle utilisée dans le cryostat qui vient d'être décrit fera l'objet d'un exposé détaillé. On donnera enfin un exemple de mesure effectuée dans l'appareil.

A. - ASPECT THEORIQUE

A.1. - Définition de la notion de chaleur spécifique

Considérons un système S dont l'état d'équilibre thermodynamique est caractérisé par les valeurs (σ,T) , où T désigne la température et σ représente un ensemble maximal de paramètres macroscopiques indépendants autres que T (leur choix n'est pas univoque).

Lors d'une transformation où le système passe de l'état d'équilibre (σ,T) à l'état d'équilibre voisin, $(\sigma,T + \Delta T)$ il reçoit de l'extérieur une quantité de chaleur ΔQ et un travail ΔW . On fait la convention habituelle selon laquelle Q et W sont comptés positivement lorsqu'ils sont reçus par le système.

On définit la capacité calorifique du système à σ constant par

$$C_\sigma(\sigma,T) = \lim_{\Delta T \to 0} \frac{\Delta Q}{\Delta T} .$$

En choisissant une unité de quantité du système, on obtient la chaleur spécifique à σ constant : chaleur massique (pour l'unité de masse) ou chaleur molaire (pour une mole).

On peut définir plusieurs chaleurs spécifiques selon le choix des paramètres indépendants σ. On définit par exemple pour un gaz les chaleurs spécifiques à pression ou à volume constant.

La mesure de chaleur spécifique permet d'accéder à la connaissance de fonctions thermodynamiques.

A. 2. - Considérations thermodynamiques

Considérant une transformation infinitésimale sur le système affectant l'ensemble maximal de variables indépendantes $(x, y, z, \ldots, T)$, le travail reçu par le système est :

$$d'W = X' dx + Y' dy + Z' dz ,$$

tandis que la chaleur reçue est :

$$d'Q = C_{(x, y, z)} dT + X'' dx + Y'' dy + Z'' dz ,$$

où X', Y', Z', X'', Y'', Z'' sont des fonctions desvariables du système. $d'W$ et $d'Q$ ne sont pas en général des différentielles totales. Par contre, le premier principe de la thermodynamique exige que :

$$dU = d'W + d'Q = C_{(x, y, z)} dT + Xdx+Ydy+Zdz ,$$

où $X = X' + X''$ $Y = Y' + Y''$ $Z = Z' + Z''$,

soit une différentielle exacte. On a donc :

$$C_{(x,\ y,\ z)} = \left(\frac{\partial U}{\partial T}\right)_{x,y,z}.$$

De même, d'après le second principe de la thermodynamique, $\frac{d'Q}{T}$ est une différentielle totale :

$$dS = \frac{d'Q}{T} = \frac{C_{(x,y,z)}}{T} + \frac{X''}{T}dx + \frac{Y''}{T}dy + \frac{Z''}{T}dz ,$$

d'où :

$$\frac{C\ (x,y,z)}{T} = \left(\frac{\partial S}{\partial T}\right)_{x,y,z}.$$

Les mesures de chaleur spécifique permettent donc d'accéder à l'énergie interne et à l'entropie du système, autorisant ainsi la confrontation des calculs théoriques et des résultats expérimentaux.

Si les conditions de mesure sont modifiées et que par exemple on maintienne les paramètres (X,y,z) constants, on introduit la fonction thermodynamique :

$$H_x = U - Xx ,$$

dont la différentielle est :

$$d\,H_x = C_{(x,y,z)}\,dT + Y\,dy + Z\,dz - x\,dX .$$

On a donc :

$$C_{(x,y,z)} = \left(\frac{\partial H_x}{\partial T}\right)_{X,y,z}$$

Signalons que ces dernières considérations prennent un intérêt pratique lorsqu'une variable est difficile à maintenir constante, comme c'est le cas par exemple de l'aimantation M d'un échantillon placé dans un champ magnétique extérieur h . On mesure alors la chaleur spécifique à champ magnétique constant dont on déduit, si l'on connait la loi d'aimantation, la chaleur spécifique à aimantation constante.

$$dU = C_h \, dT - M \, dh$$

$$H_h = U + Mh$$

d'où $$C_M(T) = C_h(T) + H.\left(\frac{\partial M}{\partial T}\right)_h \quad .$$

Les mesures de chaleurs spécifiques prennent un intérêt particulier à basse température car le plus souvent les diverses contributions peuvent être aisément séparées. On distinguera ainsi sans peine la fraction de la chaleur spécifique due par exemple au passage d'un état paramagnétique désordonné à un état antiferromagnétique de celle due aux vibrations élastiques du réseau cristallin. Si l'interprétation de la totalité des résultats expérimentaux s'avère souvent difficile dans cet exemple, on obtiendra cependant les données indispensables à toute théorie que constituent l'énergie interne à $0^{\circ}K$ (qui renseigne sur la grandeur des interactions entre particules) ainsi que l'entropie de l'état désordonné (qui renseigne sur le nombre de niveaux d'énergie impliqués dans la transition). On a en effet :

$$U_\sigma(0^{\circ}K) = \int_{\infty}^{0} C_\sigma \, dT \quad ,$$

$$S_\sigma(\infty) = \int_{0}^{\infty} \frac{C_\sigma}{T} \, dT \quad .$$

A. 3. - Diverses contributions à la chaleur spécifique des solides à basse température

Il y a de multiples façons de classer les types de chaleurs spécifiques dans les solides, et nous nous contenterons de citer deux contributions importantes, additives en première approximation, correspondant à notre domaine expérimental.

La chaleur spécifique due aux électrons de conduction d'un métal normal est de la forme :

$$C_e = \gamma T .$$

La chaleur spécifique de réseau d'un solide quelconque est due aux ondes élastiques à trois dimensions qui se propagent dans le solide (phonons) :

$$C_{ph} = \alpha T^3 .$$

Les anomalies de chaleur spécifique sont de deux types.

Les anomalies SCHOTTKY sont associées à l'existence d'un groupe discret de niveaux d'énergie voisins du fondamental. A des températures très supérieures ou très inférieures à l'intervalle caractéristique θ entre les niveaux du groupe, l'évolution en fonction de la température de la population des divers niveaux est lente et n'apporte qu'une faible contribution à la chaleur spécifique ; par contre, pour des températures de l'ordre de θ . la population relative des sous-niveaux dépend de façon critique de la température, donnant une forte contribution à la chaleur spécifique :

$$\text{Pour } T \gg \theta \quad C \sim R \left(\frac{\theta}{T}\right)^2$$

Pour $T \ll \theta$ $C \sim R \left(\frac{\theta}{T}\right)^2 e^{-\frac{\theta}{T}}$.

Les anomalies de chaleur spécifique dues à des phénomènes coopératifs caractéristiques des transitions de phase du deuxième ordre ont une importance fondamentale (transformations ordre-désordre dans les alliages, les matériaux magnétiques et les métaux supraconducteurs).

B. - PRINCIPE DE LA MESURE

B. 1. Description générale

La définition même de la notion de chaleur spécifique suggère la méthode de mesure : l'échantillon étant isolé thermiquement de sorte que la quantité de chaleur qui lui est fournie puisse être connue le plus exactement possible, on lui communique une énergie calorifique ΔQ qui fait pàsser sa température de T_1 à T_2. On mesure donc en fait la valeur moyenne de la chaleur spécifique entre les températures T_1 et T_2.

$$\langle C_{T_1}^{T_2} \rangle = \frac{\Delta Q}{T_2 - T_1} \quad .$$

Dans la pratique, cette valeur moyenne constituera une excellente approximation de la chaleur spécifique vraie à la température $\frac{T_1+T_2}{2}$ si $\left|\frac{d^2C\ (T)}{dT}\right|$ reste petit dans l'intervalle (T_1, T_2), ce qui sera facile à réaliser loin d'une transition du second ordre. Au voisinage d'une anomalie (température de Curie d'un matériau magnétique ou température critique d'un métal supraconducteur) il sera nécessaire d'employer des écarts de température de plus en plus petits pour que la chaleur spécifique moyenne représente fidèlement la chaleur spécifique vraie.

Cette remarque faite, on trouve dans la définition même les sources de difficultés : il est

- nécessaire d'isoler thermiquement l'échantillon
- pour chauffer l'échantillon et mesurer sa température, il est nécessaire à moins que celui-ci puisse absorber un rayonnement et servir de thermomètre, d'introduire des accessoires mis au contact thermique de l'échantillon pour remplir ces fonctions et dont on mesurera

simultanément la capacité calorifique propre qui devra être connue par ailleurs pour permettre d'accéder à la capacité calorifique de l'échantillon seul.

Une difficulté supplémentaire apparaît rapidement Il est en effet très difficile de contrôler la puissance calorifique totale reçue par l'échantillon, car des vibrations mécaniques ou acoustiques incontrôlables viennent s'amortir dans l'échantillon,ou sa fixation,qui reçoit ainsi une puissance calorifique permanente P', pratiquement indépendante de sa température (voir C-I).

B. 2. - Examen d'un processus réel

Nous examinerons la méthode de mesure pratique suivante :

1/ - l'échantillon entouré par un thermostat à la température T_o est mis en contact thermique avec celui-ci,

2/ - l'échantillon est isolé thermiquement. La puissance parasite P' fait que sa température s'élève pendant qu'on réalise l'isolement thermique. Après un certain temps, on peut considérer que la conductance thermique entre l'échantillon et le thermostat est minimisée et vaut γ .

3/ - entre les instants t_1 et t_2, on envoie une énergie calorifique connue $P(t_2 - t_1)$ qui est absorbée par l'échantillon.

On a donc : (figs 32 et 33)

immédiatement avant t_1 $\qquad P' = C(T)\,\frac{dT}{dt} + \gamma\,(T - T_o)$ loi T^*

$$t_1 < t < t_2 \qquad P + P' = C(T)\frac{dT}{dt} + \gamma (T - T_o) \qquad \text{loi } T$$

$$t > t_2 \qquad P' = C(T)\frac{dT}{dt} + \gamma (T - T_o) \qquad \text{loi } T^+$$

pour $t = t_1$ $\quad T = T_1$

$t = t_2$ $\quad T = T_2$

Ces équations imposent deux remarques :

1) A l'instant t_1 , on a :

$$C(T_1)\left(\frac{dT^*}{dt}\right)_{T_1} = P' - \gamma (T_1 - T_o)$$

$$C(T_1)\left(\frac{dT}{dt}\right)_{T_1} = P + P' - \gamma (T_1 - T_o) \quad .$$

On déduit donc de la mesure de la vitesse d'évolution de la température au voisinage de t_1 la chaleur spécifique vraie à la température T_1

$$C(T_1) = \frac{P}{\left(\frac{dT}{dt}\right)_{T_1} - \left(\frac{dT^*}{dt}\right)_{T_1}} \quad .$$

Cette méthode est en principe réalisable si l'on dispose d'une méthode d'enregistrement de la température de l'échantillon. Elle suppose cependant un contact thermique parfait au sein de l'échantillon ce qui est pratiquement difficile à réaliser et rend la méthode délicate (voir C_3 et C_4).

On voit d'autre part, apparaître la nécessité de minimiser P' pour que les deux parties figurant au dénominateur soient le plus différentes possible.

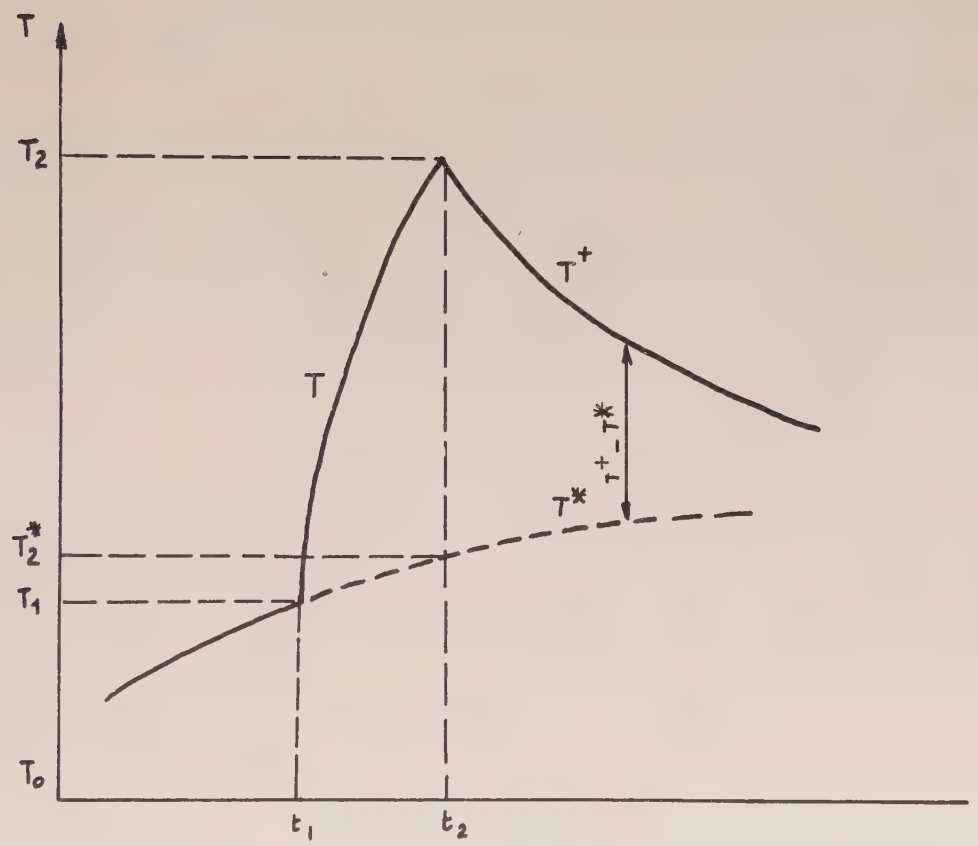


Fig.32

) Après l'instant t_2 , on a :

$$T^+ = T_2 + (T_o - T_2 + \frac{P'}{\gamma}) \left[1 - \exp\left(-\frac{\gamma}{C}(t - t_2)\right)\right] .$$

Si on avait $P = o$, la température à l'instant t_2 serait T_2^* (fig.32) et son évolution décrite par

$$T^* = T_2^* + (T_o - T_2^* + \frac{P'}{\gamma}) \left[1 - \exp\left[-\frac{\gamma}{C}(t - t_2)\right]\right]$$

d'où :

$$T^+ - T^* = (T_2 - T_2^*) \; e^{-\frac{\gamma}{C}(t - t_2)}$$

Ainsi, si l'extrapolation de $T^*(t)$ peut être faite au-delà de $t = t_1$, de façon pas trop hasardeuse, c'est-à-dire si P' est petit, on pourra obtenir la capacité calorifique de l'échantillon si γ est connue à partir de la mesure de la constante de temps

$$\tau = \frac{C}{\gamma} .$$

Cette technique très spéciale a été mise en oeuvre par différents auteurs, la conductance γ étant le plus généralement réalisée au moyen d'un feuillard de laiton dont la conductibilité thermique est bien connue. Cette méthode que nous n'avons pas encore utilisée présente évidemment ses difficultés propres.

Outre ces méthodes, il existe la technique ordinaire qui consiste à remplacer la loi réelle d'évolution de la température entre T_1 et T_2 par une loi linéaire (correction de Regnault) ce qui est valable si

$$t_2 - t_1 \ll \tau .$$

Il faudra donc réaliser un très bon isolement thermique et utiliser une méthode de chauffage

rapide, ce qui exige une excellente diffusivité thermique de l'échantillon.

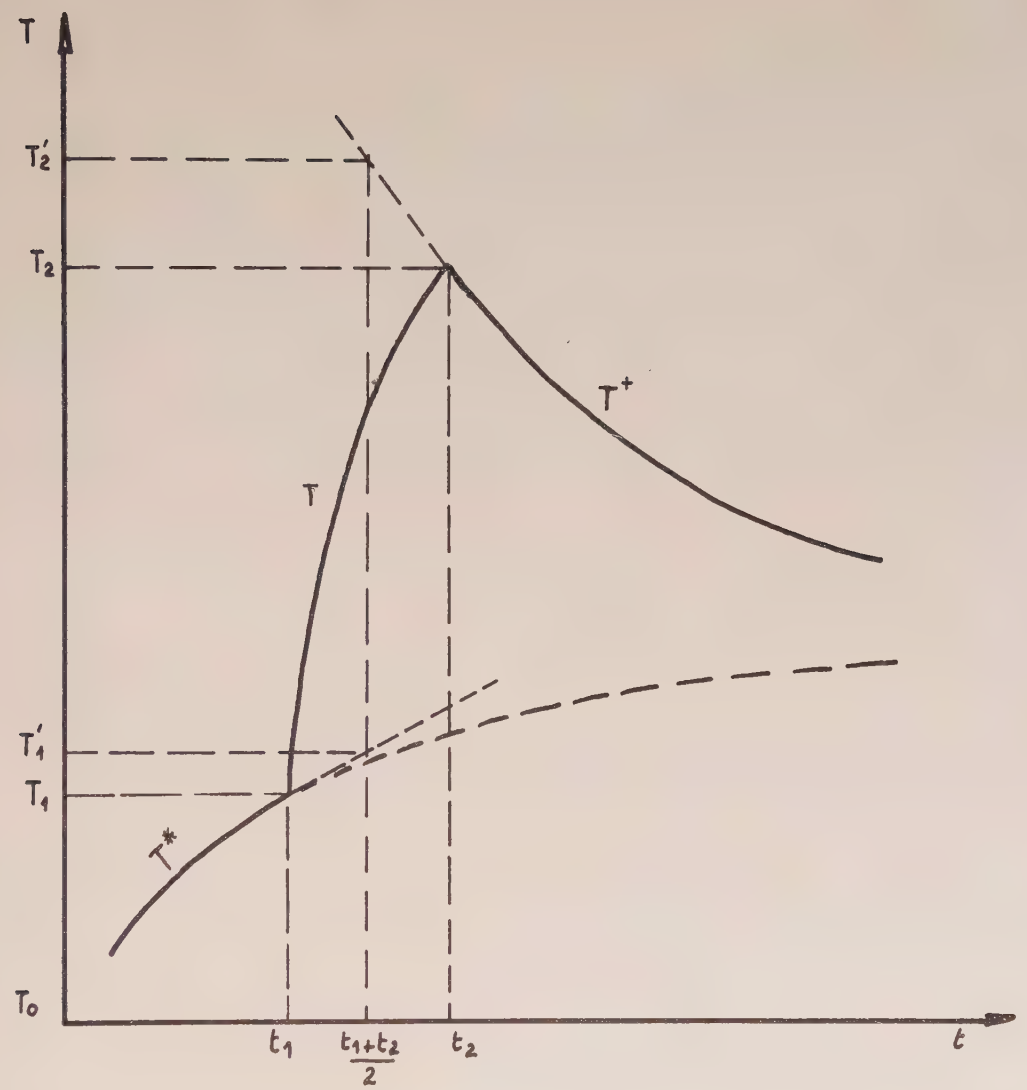


Figure 33

On a en intégrant l'équation différentielle qui régit T(t) .

$$(P + P')(t_2 - t_1) = \langle C_{T_1}^{T_2} \rangle (T_2 - T_1) + \gamma \int_{t_1}^{t_2} (T - T_o)\, dt$$

donc dans l'approximation de Regnault :

$$(P + P')(t_2 - t_1) = \langle C_{T_1}^{T_2} \rangle (T_2 - T_1) + \gamma \frac{t_2 - t_1}{2} (T_2 + T_1 - 2\, T_o)$$

ou encore :

$$P(t_2 - t_1) = \langle C_{T_1}^{T_2} \rangle (T_2 - T_1) - \frac{t_2 - t_1}{2} \left[C(T_2) \left(\frac{dT^+}{dt} \right)_{T_2} + C(T_1) \left(\frac{dT^*}{dt} \right)_{T_1} \right].$$

Si on remplace $C(T_2)$ et $C(T_1)$ par $\langle C_{T_1}^{T_2} \rangle$ on trouve :

$$\langle C_{T_1}^{T_2} \rangle = \frac{P(t_2 - t_1)}{T_2' - T_1'}$$

où $T_2' - T_1'$ correspond à la distance entre les tangentes aux points t_1 , T_1 et t_2, T_2 à l'instant $\frac{t_1+t_2}{2}$ (Fig. 33).

L'impératif essentiel de la méthode apparait donc être le bon isolement thermique, la puissance parasite n'apparaissant pas gênante du seul point de vue des corrections.

Nous examinons dans la suite les divers problèmes que pose la réalisation pratique de la mesure.

C - ASPECTS TECHNIQUES

C. 1. - Puissance parasite

Des vibrations mécaniques ou acoustiques diverses se propagent dans le bâti qui supporte l'appareillage et sont éventuellement amorties dans l'échantillon ou dans sa suspension. Il en résulte que l'échantillon, après avoir été isolé thermiquement se réchauffe de manière plus ou moins anarchique. Il importe hautement que ce phénomène soit régularisé, si du moins il ne peut toujours être maintenu à un niveau négligeable, de sorte qu'on puisse considérer la puissance parasite P' ainsi absorbée comme constante dans le temps. L'examen du processus de mesure invite à rendre cette puissance P' petite devant la puissance contrôlée P qui sera utilisée pour la mesure de chaleur spécifique proprement dite.

Les précautions élémentaires pour réduire cette puissance consistent à faire reposer l'ensemble de l'appareillage sur des amortisseurs qui constituent un filtre passe-bas et à éliminer du bâti les sources évidentes de vibrations que sont les pompes rotatives.

Il subsiste cependant d'autres sources de bruit dont les plus importantes sont l'ébullition de l'hélium et de l'azote liquide dans les vases Dewar ainsi que celle de l'huile ou du mercure dans les pompes à diffusion. Les pompes comportant des éjecteurs sont particulièrement nocives. Un remède efficace consiste à placer les chaufferettes des pompes dans des bacs de sable (ce qui nécessite de réajuster la puissance de chauffage) et à mettre du sable au fond du Dewar-N_2. Des masses de plomb disposées en certains points névralgiques contribuent à amortir les vibrations résiduelles.

Avec ces précautions, la puissance parasite P' devient constante et son niveau est ramené, pour une suspension pas trop élaborée, à 10^{-7} W environ. Il est alors permis de se déplacer ou d'ouvrir une porte dans le laboratoire sans perturber l'expérimentation.

Dans des cas extrêmes, cette puissance est cependant excessive. Par exemple, un échantillon de 10 g de niobium supraconducteur a une capacité calorifique à $1^{o}K$ d'environ 10^{-5} $J/^{o}K$ et se réchaufferait sous l'effet de cette puissance de 10^{-2} ^{o}K par seconde,rendant toute mesure de chaleur spécifique impossible.

Il est donc nécessaire d'introduire entre l'échantillon et le cryostat proprement dit un véritable filtre mécanique. On a obtenu de bons résultats ($P' \simeq 10^{-9}$ W) avec un filtre constitué par un bloc de cuivre suspendu comme un pendule et amorti par des fils de cuivre multibrins soudés au thermostat qui ont le double avantage d'apporter un amortissement efficace par suite de leurs déformations plastiques et d'établir un contact thermique entre le filtre et le thermostat. L'échantillon est ensuite suspendu au filtre.

De façon générale, les suspensions pendulaires semblent préférables aux suspensions rigides. On préfère également les fils métalliques aux fils de nylon.

C. 2. - Modes de thermalisation de l'échantillon

La qualité essentielle à exiger de l'agent qui permet de thermaliser l'échantillon est d'autoriser ultérieurement un bon isolement. De façon précise, il sera nécessaire que la conductance résiduelle γ soit telle que $\frac{C}{\gamma}$ soit très supérieure au temps de mesure.

Une méthode couramment utilisée est un contact métallique escamotable, dont l'avantage le plus évident est de permettre de travailler dans un vide parfait qui peut être réalisé avant même que le calorimétre soit refroidi. Toutefois, elle donne lieu à des échauffements parasites lors de l'établissement ou

de la coupure du contact, ce qui rend peu pratique l'étalonnage du thermomètre nécessaire à la mesure. D'autre part, le refroidissement de l'échantillon à travers de tels contacts est long et le montage exige l'introduction d'accessoires dont la capacité calorifique peut être importante.

La méthode de l'interrupteur thermique supraconducteur paraît séduisante mais est inadaptée à la majeure partie de la gamme de température. L'échantillon est relié au thermostat par un fil métallique supraconducteur que l'on peut rendre normal en lui appliquant un champ magnétique supérieur à son champ critique H_c. Pour des températures assez basses devant la température critique T_c, le pouvoir de coupure $\frac{\gamma_N}{\gamma_S}$ varie comme T^{-2}. Citons deux cas favorables (réf.2)

Pb	$H_c = 803$ oersteds		$T_c = 7{,}18^{\circ}K$
	$\frac{\gamma_N}{\gamma_S} = 3.10^2$	à	$0{,}2^{\circ}K$
In	$H_c = 283$ oersteds		$T_c = 3{,}407^{\circ}K$
	$\frac{\gamma_N}{\gamma_S} = 4.10^3$	à	$0{,}8^{\circ}K$

L'utilisation de l'indium semble donc adaptée à la calorimétrie au-dessous de $1^{\circ}K$. L'inconvénient de la méthode est d'interdire les mesures sous champ magnétique et de nécessiter un champ magnétique auxiliaire. La méthode utilisée dans notre laboratoire jusqu'à ce jour est celle du gaz d'échange thermique. Elle n'impose pratiquement aucune restriction en température, est insensible au champ magnétique. Le gaz d'échange ne laisse,une fois retiré,aucune trace calorimétrique.

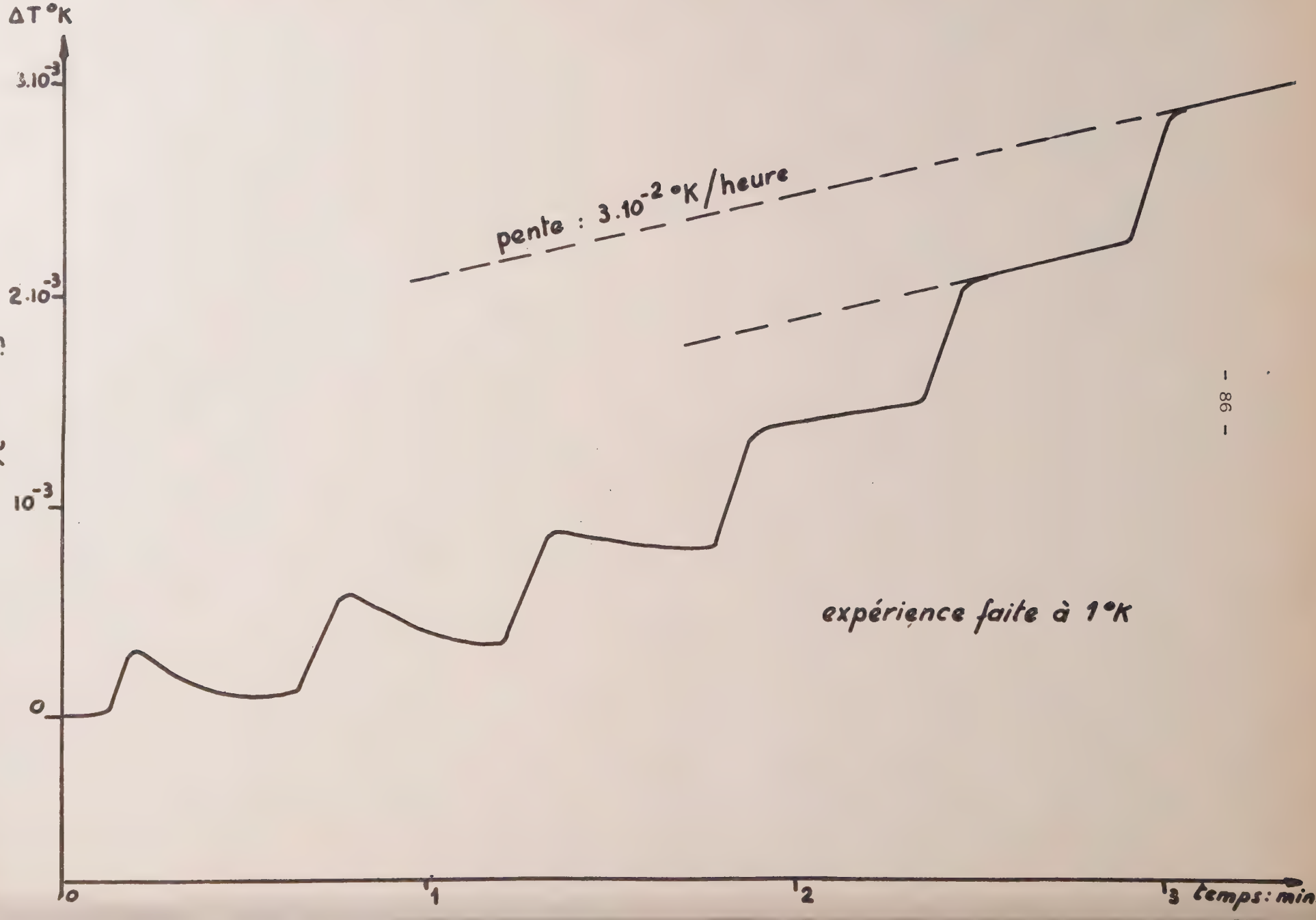

ΔT °K
3.10⁻³
2.10⁻³
10⁻³
0
pente : 3.10⁻² °K/heure
expérience faite à 1°K
0
1
2
3
temps: min.

figure 34

Si la capacité calorifique à mesurer est élevée comme c'est le cas si l'on mesure une chaleur spécifique d'origine magnétique, il n'y aura guère de problèmes pour le retrait du gaz d'échange. Un groupe de pompage secondaire sera adéquat. Ainsi, pour des capacités calorifiques voisines de 1 mJ/^{o}K, on obtenait, lorsque ce système de pompage était encore utilisé, un vide fonctionnel en 10 minutes environ.

Par contre, si la capacité calorifique devient faible, on rencontre de grandes difficultés. C'est pour les résoudre que nous avons développé des pompes à adsorption placées à l'intérieur même du cryostat. La pompe est placée dans un corps en cuivre baignant dans l'hélium-4 du Dewar-^{4}He et communique d'une part avec l'enceinte expérimentale par un tube de diamètre 15 mm, d'autre part avec les circuits extérieurs permettant de faire un vide préliminaire et d'introduire la quantité nécessaire de gaz d'échange (une pression de 5.10^{-3} mm Hg suffit à basse température à maintenir un régime laminaire de conduction). Le gaz d'échange est l'hélium-3 (sauf si on travaille avec de l'hydrogène).

La figure 34 montre la rapidité de l'obtention de l'isolement thermique lorsqu'on utilise une pompe à adsorbant. On a porté en fonction du temps (à partir de la mise en marche de la pompe à adsorbant) la température repérée à partir d'une origine arbitraire d'un échantillon de cuivre. Périodiquement, on a dissipé une puissance connue P dans l'échantillon et on a ainsi observé la conductance résiduelle en fonction du temps. L'isolement thermique est obtenu en 3 mn. On a pu estimer alors :

$$\gamma \simeq 10^{-7} \text{ W/}^{o}\text{K}$$

ce qui était compatible avec la conductance des connections électriques faites sur l'échantillon.

On y voit l'effet de la puissance parasite qui est ici

$$P' \simeq 1{,}3.10^{-8} \text{ W} .$$

C. 3. - Méthode de chauffage

Les méthodes élégantes que constituent le chauffage par absorption de rayonnement γ et le chauffage par induction ont été écartées, la première à cause des dangers biologiques qui lui sont inhérents , la seconde parce que le fait que le cryostat soit métallique rend très scabreuse toute mesure d'absorption.

On pratique donc exclusivement le chauffage par effet Joule qui est suffisamment adapté aux exigences qu'impose la gamme de température. La chaufferette utilisée est le plus souvent constituée d'un fil de manganin bobiné et collé sur l'échantillon. Sa résistance est totalement insensible à la température; il suffit, une fois celle-ci déterminée, de mesurer à chaque fois le courant et le temps de chauffage.

Le courant de chauffage est fourni par une alimentation dont le courant de sortie est indépendant de la charge. La valeur souhaitable est donc ajustée et peut être lue lorsque la chaufferette est court-circuitée. L'ouverture du court-circuit déclenche un chronomètre.

Les difficultés rencontrées dans les premières expériences réalisées pour retirer le gaz d'échange, nous ont poussé à utiliser des temps de chauffage courts pour diminuer les corrections. On rencontre alors des difficultés d'un autre type liées à la diffusivité thermique de l'échantillon et aux contacts thermiques entre échantillon et chaufferette d'une part, échantillon et thermomètre d'autre part.

La figure 35 illustre les difficultés rencontrées dans une mesure de chaleur spécifique :

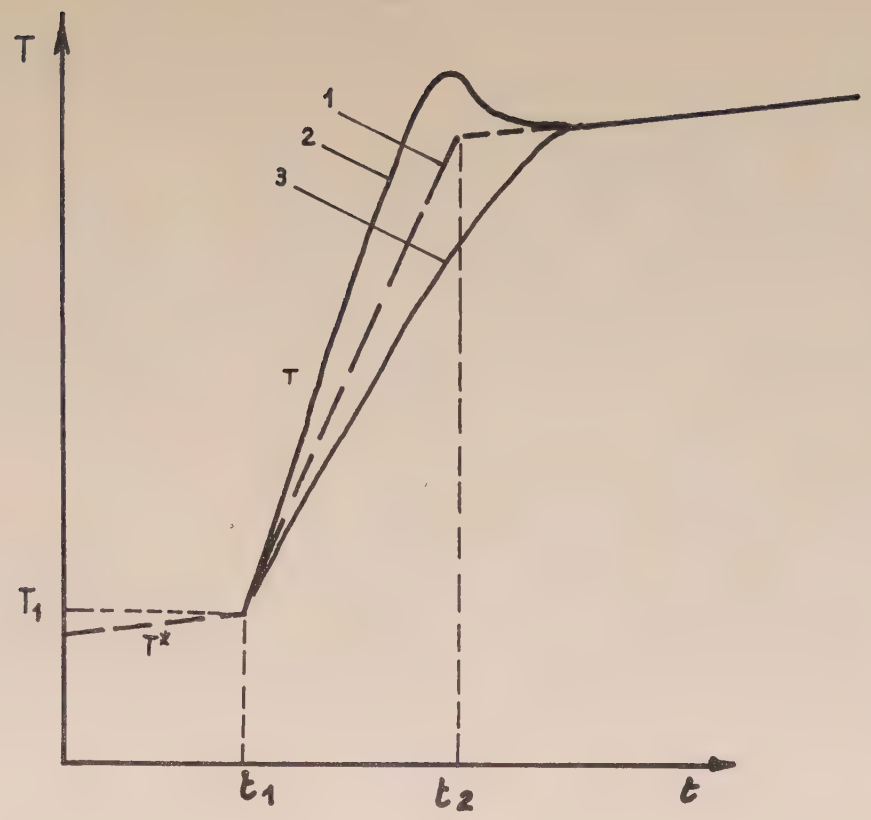


Figure 35

1/ - cas idéal

2/ - la diffusivité thermique de l'échantillon est médiocre ; le thermomètre est surchauffé

3/ - le contact thermique entre la chaufferette et l'échantillon est insuffisant.

Ces difficultés rendent hasardeuse la méthode de mesure reposant sur la mesure de $\left(\frac{dT}{dt}\right)_{T_1}$ et $\left(\frac{dT^*}{dt}\right)_{T_1}$ (voir II.B.2)

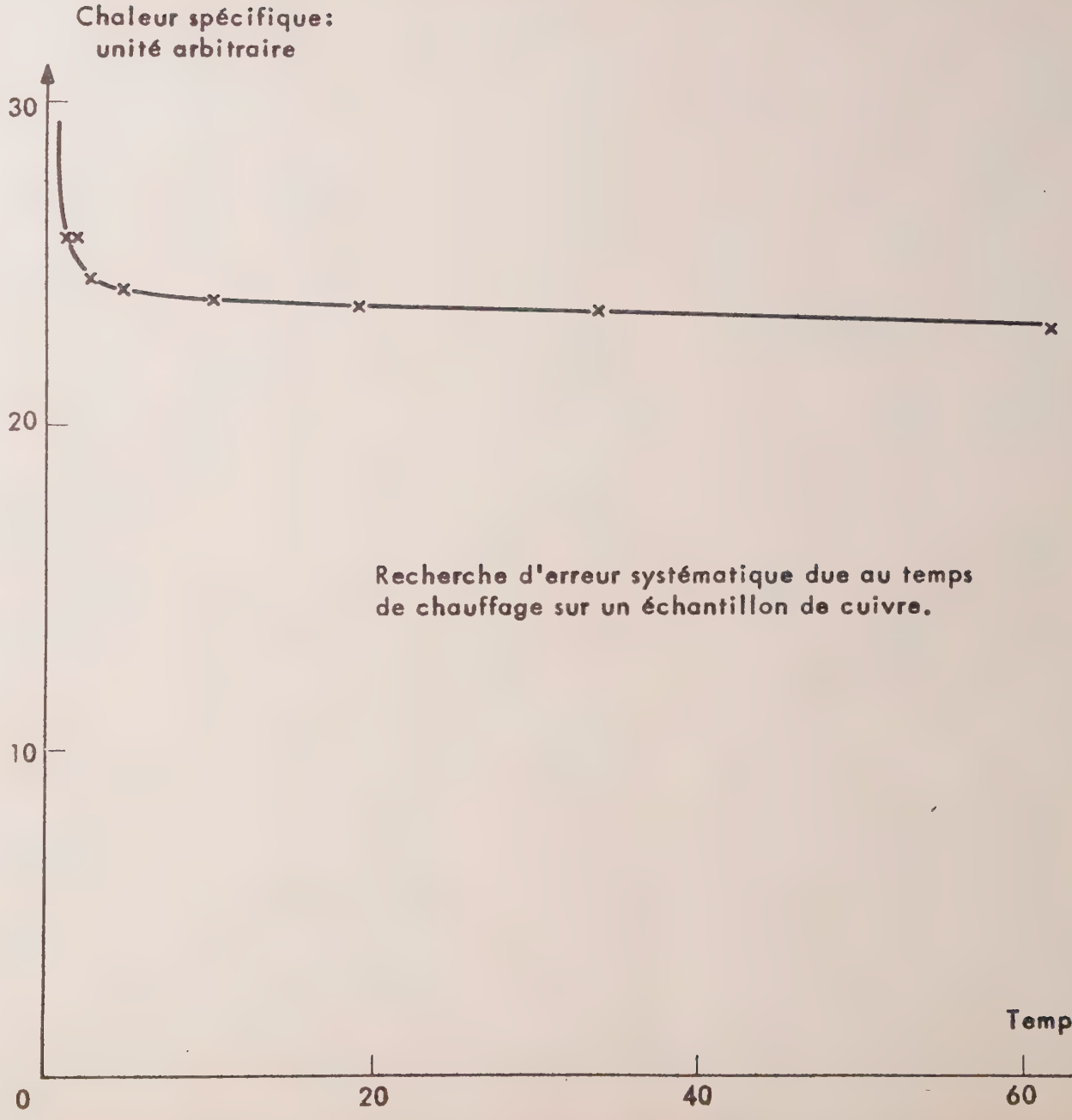


Figure 36

Recherche d'erreur systématique due au temps de chauffage sur un échantillon de cuivre.

La figure 36 illustre les erreurs systématiques qui peuvent se produire si, l'échantillon étant mal connecté à la chaufferette, on utilise des temps de chauffage trop courts. Ces difficultés ne sont cependant pas irréductibles. On a par exemple trouvé avantageux d'agglomérer un échantillon en poudre avec un mélange d'huile et de fils de cuivre qui améliorent considérablement sa diffusivité thermique. On s'arrangera aussi le plus souvent pour "noyer" la chaufferette et le thermomètre dans l'échantillon lui-même, ou à défaut pour les coller sur une grande surface.

C. 4. - Thermomètre

Le thermomètre utilisé est le thermomètre à résistance (résistance de carbone, résistance de germanium, film d'Aquadag) qui doit être étalonné,ce qui est fait au cours même de l'expérience chaque fois que l'échantillon est remis en contact thermique avec le thermostat.

La résistance est mesurée dans un pont de Wheatstone selon la méthode indiquée au paragraphe I.B.-6.2. qui permet l'enregistrement continu de la température.

Les résistances de carbone de fabrication Speers présentent des caractéristiques très voisines. En particulier pour deux résistances $R_1(T)$ et $R_2(T)$, le rapport $\frac{R_1(T)}{R_2(T)}$ est pratiquement indépendant de la température.Ceci a suggéré une méthode pour s'affranchir des problèmes d'isolement thermique.

On entoure l'échantillon d'un écran métallique en cuivre (qui dans la pratique n'est autre que le filtre mécanique décrit au paragraphe II.C-1) et on contraint par un asservissement sa température à suivre celle de l'échantillon.

Si une résistance R_1 mesure la température T_1 de l'échantillon et une résistance R_2 celle T_2 de l'écran, le rapport $\frac{R_1}{R_2}$ mesure la différence de leurs températures dont la connaissance est indispensable pour l'asservissement.

De cette manière, l'échantillon ne "voit" jamais que sa propre température et le problème de l'isolement thermique se trouve simplifié. En fait la mise en oeuvre des pompes à adsorbant a rendu caduque cette méthode dans la majorité des cas.

D - EXEMPLE DE MESURE : Détermination de la chaleur spécifique du grenat de gallium et d'erbium

Le processus de mesure est le suivant (Fig. 37)

1/ - l'échantillon est en contact avec le thermostat. On mesure la résistance R(T) du thermomètre. Le déséquilibre du pont de mesure est enregistré en permanence.

2/ - on enlève le gaz d'échange en cessant de chauffer la pompe à adsorbant.

3/ - on mesure la sensibilité du pont en provoquant une variation δr de la résistance de comparaison.

4/ - le courant de chauffage étant préréglé, on ouvre le court-circuit de la chaufferette et déclenche le chronomètre. La température de l'échantillon augmente, provoquant un déséquilibre du pont. Lorsque ce déséquilibre est voisin de celui qu'on avait volontairement provoqué en 3, on arrête le chauffage.

5/ - on poursuit l'enregistrement pendant un temps convenable.

6/ - l'échantillon est remis en contact thermique avec le thermostat dont la température est modifiée.

La mesure faite en 3 permet d'accéder à la variation $\Delta R = R_1' - R_2'$ du thermomètre à résistance. On a alors :

$$C = \frac{P(t_2 - t_1)}{\Delta R} \cdot \frac{dR(T)}{dT}$$

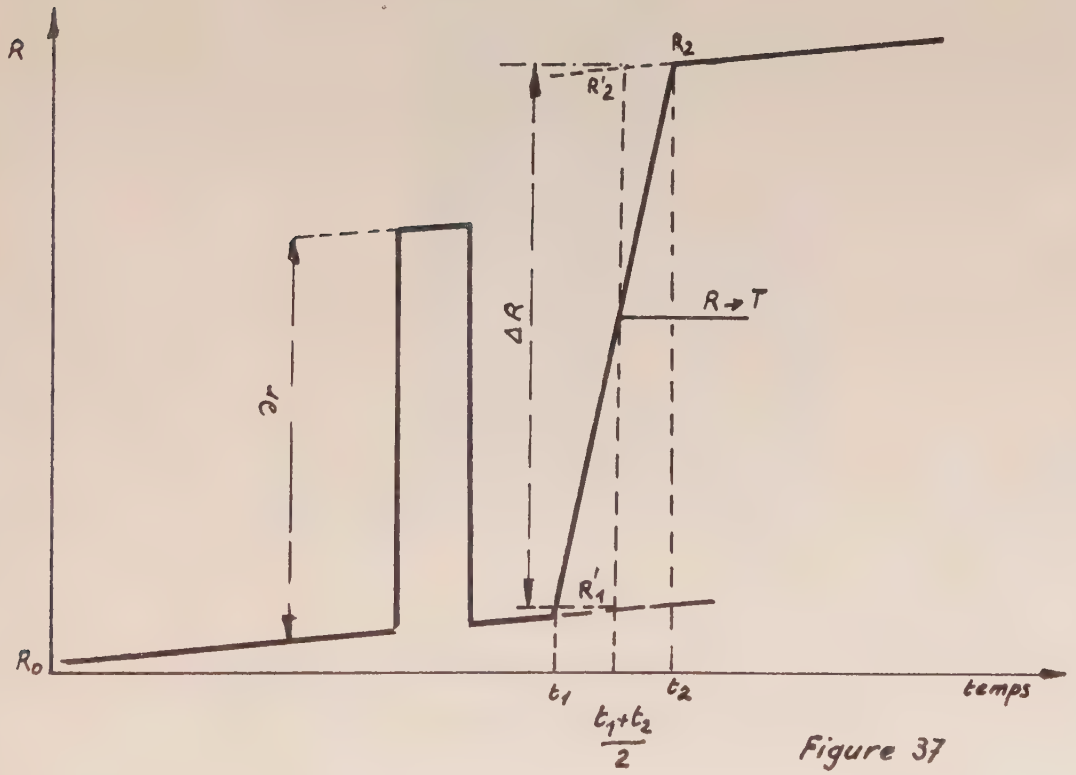
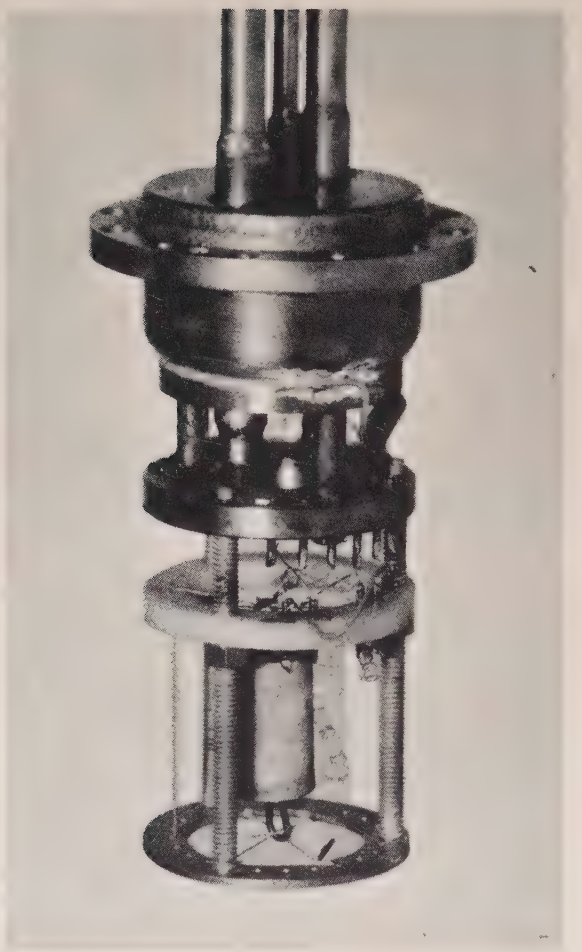


Figure 37

Cette valeur est portée pour la tempéture correspondant à :

$$R(T) = \frac{R_1' + R_2'}{2}$$

Figure 38



Montage pour la mesure de chaleur spécifique d'un échantillon en poudre de grenat de gallium et d'erbium.

qui est aisément déduite du diagramme 37 et de la valeur de la résistance d'équilibrage du pont.

Une difficulté réside dans la connaissance de $\frac{dR(T)}{dT}$, mais une dérivation manuelle par itération s'avère précise. La figure 38 montre le montage de mesure de chaleur spécifique d'un échantillon de grenat de gallium et d'erbium en poudre. La poudre a été mélangée à de l'araldite et à des fils de cuivre de longueur 3 mm environ. Le thermomètre à résistance et la chaufferette ont été noyés dans la masse. La suspension est du type rigide. Dans ce cas les accessoires ont été pesés et leur capacité calorifique estimée.

On notera la compacité du montage, car à l'époque où cette expérience fut réalisée les difficultés d'isolement thermique exhortaient à l'utilisation d'enceintes de dimensions réduites.

La mesure fut répétée sur un échantillon constitué d'une centaine de monocristaux d'un poids total de 455 mg. Un exemple de point expérimental est constitué par :

résistance de comparaison : $R_o = 3281\ \Omega$

$\delta r = 4\ \Omega$

$\Delta R = 5{,}13\ \Omega$

$R = R_o - \frac{\Delta R}{2} = 3278{,}5\ \Omega$ d'où $T = 0{,}779\ ^oK$ $\frac{dR}{dT} = 4390\ \Omega/^oK$

temps de chauffage : 5,14 s

puissance de chauffage : 4,43 μW

quantité de chaleur : 22,7 μJ

$T'_2 - T'_1 = \Delta R \times \frac{dT}{dR} = 1{,}17.10^{-3}\ ^oK$

$C = 19{,}4\ mJ/^oK$

soit une chaleur spécifique par ion-gramme $C = 14,8$ J/ion-g.^{o}K .

La figure 39 montre les résultats expérimentaux qui mettent en évidence une transformation du 2ème ordre pour $T_N = 0,785^{o}$K. On en a déduit les renseignements suivants :

$S(\infty) \simeq R \log 2$ ce qui montre que deux niveaux sont impliqués dans la transition (spin $\frac{1}{2}$)

$U(o) \simeq 0,55\ R$ ce qui montre que les interactions entre les moments magnétiques des ions d'Er^{3+} (connus par ailleurs) sont essentiellement des interactions dipole-dipole.

La différence entre les résultats obtenus sur l'échantillon en poudre (dimension des cristallites de l'ordre du micron) et sur les monocristaux est attribuée aux effets de surface qui sont vraisemblablement importants, vue la longue portée de l'interaction dipolaire.

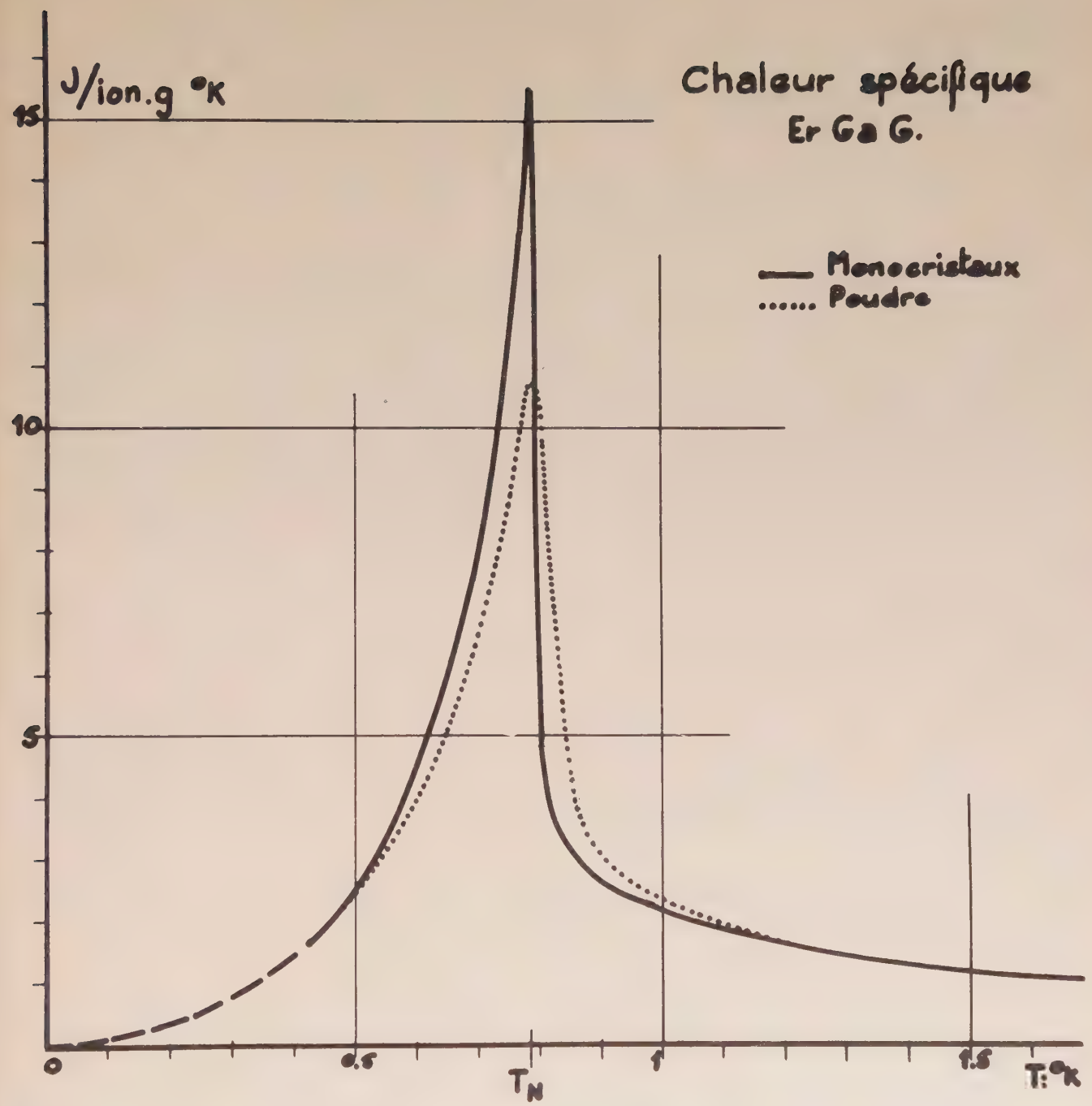

J/ion.g °K
Chaleur spécifique
Er Ga G.
Monocristaux
Poudre
15
10
5
0
0.5
1
1.5
T: °K
T_N

Fig. 39

APPENDICE

Conduction thermique dans les gaz à basse température

La thermodynamique classique ignore les phénomènes hors d'équilibre, entre autres les phénomènes de conduction thermique. Il est nécessaire, pour étudier ceux-ci, de faire appel aux processus microscopiques réels. Le plus souvent, on peut décrire la conduction thermique par le transport de particules (molécules d'un gaz, électrons d'un solide). On montre alors en mécanique statistique que la puissance transférée par unité de surface entre deux surfaces de dimensions grandes devant leur distance s'écrit :

$$(a) : \quad \frac{W}{S} = \frac{1}{3} \cdot c \cdot C \cdot \ell \cdot \frac{\Delta T}{L}$$

où : ℓ est le libre parcours moyen des particules responsables de la conduction thermique, C est leur vitesse de groupe et c est la contribution à la chaleur spécifique due à ces particules.

ΔT est la différence de température entre les deux surfaces , et L leur distance.

Il existe éventuellement plusieurs mécanismes parallèles (électrons et phonons par exemple). Pour les gaz, deux cas apparaissent immédiatement :

- Régime laminaire où le libre parcours moyen est déterminé par la densité moléculaire ν (nombre de molécules par unité de volume).

- **Régime moléculaire** où la densité moléculaire est suffisamment faible pour que le libre parcours moyen soit en fait déterminé par la distance L des parois (supposées matérielles).

Nous étudions ici ces deux cas d'une manière détaillée

Remarque :

Il est utile de relier la densité moléculaire aux grandeurs thermodynamiques. Il est malheureusement impossible de définir la notion de pression dans une enceinte qui n'est pas isotherme. On se contentera donc de relier la densité moléculaire à la pression P_o qu'elle créerait dans l'enceinte supposée isotherme à la température T_o.

Pour un gaz parfait

$$\nu = \frac{P_o}{K.T_o} \quad \text{où} \quad K \quad \text{est la constante de Boltzmann}$$

$$(K = 1{,}380.10^{-23}\ J.^oK^{-1}) .$$

Rappelons que pour un gaz parfait monoatomique à la température T :

$$c = \frac{3}{2} . K.\nu. \qquad \text{(par unité de volume)}$$

$$C = \sqrt{\frac{3\ KT}{m}} = \sqrt{\frac{3\ RT}{M}} \quad , \text{ ou } R \text{ est la constante des gaz}$$

parfaits , M la masse molaire et m la masse d'une molécule.

On a en effet : $\frac{1}{2}.m.C^2 = \frac{3}{2}.K.T.$

① - Régime laminaire

Le libre parcours moyen est déterminé par la densité moléculaire et lui est inversement proportionnel. Comme c est proportionnel à ν , on voit que la caractéristique essentielle de ce régime est que le flux transmis entre les deux surfaces est indépendant de ν donc, dans la pratique, de la pression P_o.

De façon précise, $l = \dfrac{1}{\sqrt{2} \cdot \pi \cdot \sigma^2 \cdot \nu}$

où σ est le diamètre moléculaire efficace.

Pour des surfaces distantes de d L et dont les températures seraient T et T+dT,

$$\frac{W}{S} = \frac{1}{2} \cdot \frac{K}{\pi . \sigma^2} \cdot \sqrt{\frac{3\ R}{2\ M}} \cdot T^{1/2} \cdot \frac{dT}{dL}$$

Il est donc possible de définir une conductibilité thermique λ telle que $W = \lambda . S . \dfrac{dT}{dL}$ (b)

$$\lambda = \frac{1}{2} \cdot \frac{K}{\pi\ \sigma^2} \cdot \sqrt{\frac{3\ R}{2\ M}} \cdot T^{1/2}$$

Pour de l'hélium-4 à basse température,

$\sigma = 3{,}29.10^{-10} . T^{-0{,}0737}$ (référence 1)

$M = 4.10^{-3}$ Kg.mole^{-1}

$R = 8{,}32$ joule.$^{o}K^{-1}$

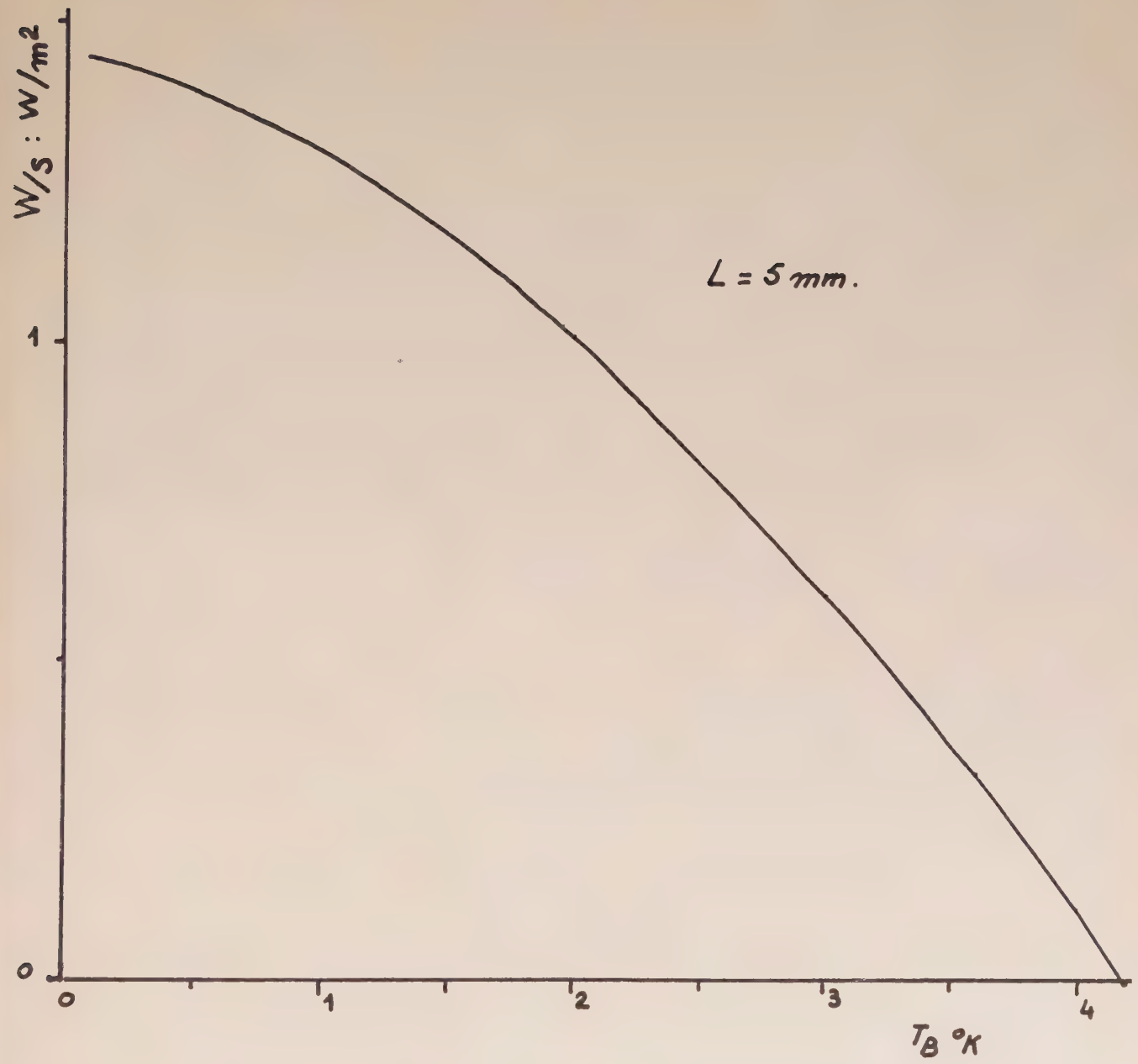


Figure 40

On a donc :

$$\boxed{\lambda = 1{,}14.10^{-3}\ T^{0{,}647}} \qquad W.\ m^{-1}\ {}^{o}K^{-1}$$

La puissance échangée entre deux surfaces de températures T_A et T_B est d'après (b) :

$$\frac{W}{S} L = \int_{T_B}^{T_A} \lambda . dT$$

d'où :

$$\boxed{W = \frac{S}{L}\ 0{,}69.10^{-3} \left(T_A^{1{,}64} - T_B^{1{,}64} \right)}$$

Ce régime intervient comme une limitation supérieure du régime moléculaire. La courbe de la figure 40 représente la variation de $\frac{W}{S}$ en fonction de T_B pour $T_A = 4{,}2^{o}K$ et une distance entre surfaces : L = 5 mm.

② - Régime moléculaire

Le libre parcours moyen moléculaire est maintenant fixé par la géométrie; il est donc constant. La puissance thermique transmise par unité de surface est ainsi proportionnelle à la densité moléculaire donc à la pression P_o.

Si les températures des parois sont très différentes, il n'est pas possible de considérer la vitesse quadratique moyenne des particules comme une constante. Il est donc nécessaire d'étudier le mécanisme de conduction thermique

d'une manière plus détaillée.

On admettra que les molécules se dirigeant de la surface A vers la surface B ont été parfaitement thermalisées lors du choc sur la surface A. Elles sont en nombre ν_A et leur vitesse quadratique moyenne C_A est donc telle que :

$$\frac{1}{2}.m.C_A^2 = \frac{3}{2}.K.T_A .$$

De même on aura, pour les molécules se dirigeant de B vers A (en nombre ν_B):

$$\frac{1}{2}.m.C_B^2 = \frac{3}{2}.K.T_B .$$

Cette surestimation évidente du processus réel autorise à ne pas prendre en compte les effets d'angle solide, c'est-à-dire, à considérer que la vitesse des molécules est perpendiculaire aux surfaces.

On a $\nu_A + \nu_B = \nu$.

De plus le flux moléculaire est conservatif, d'où

$$\nu_A.C_A = \nu_B.C_B .$$

La puissance transmise entre les surfaces est :

$$\frac{W}{S} = \nu_A\, C_A . \frac{1}{2}\, m\, C_A^2 - \nu_B\, C_B . \frac{1}{2}\, m\, C_B^2$$

on obtient finalement

$$\frac{W}{S} = \frac{3}{2} . K . \nu \frac{\sqrt{T_A . T_B}}{\sqrt{T_A} + \sqrt{T_B}} \cdot \sqrt{\frac{3R}{M}} \cdot \left(T_A - T_B \right)$$

Il est remarquable que cette puissance soit indépèndante de la distance entre les parois. Il est en particulier impossible de définir une conductibilité thermique.

La figure 41 représente la variation du facteur thermique

$$\theta = \frac{\sqrt{T_A . T_B}}{\sqrt{T_A} + \sqrt{T_B}} \cdot \left(T_A - T_B \right)$$

pour $T_A = 4,2^{\circ}K.$

Son aspect paraît paradoxal, mais il exprime que si l'énergie thermique échangée par une molécule dépend surtout de la température la plus élevée, le débit moléculaire est lié essentiellement à la vitesse des molécules les plus froides. Autrement dit, il se produit une condensation des molécules dans l'état d'énergie le plus bas. On aboutira éventuellement, si T_B est assez basse, à une liquéfaction d'une fraction du gaz sur la paroi froide. La densité moléculaire sera alors limitée à la valeur ν_{T_B} correspondant à la tension de vapeur saturante p_{T_B} à la température T_B.

$$\nu_{T_B} = \frac{p_{T_B}}{K . T_B} .$$

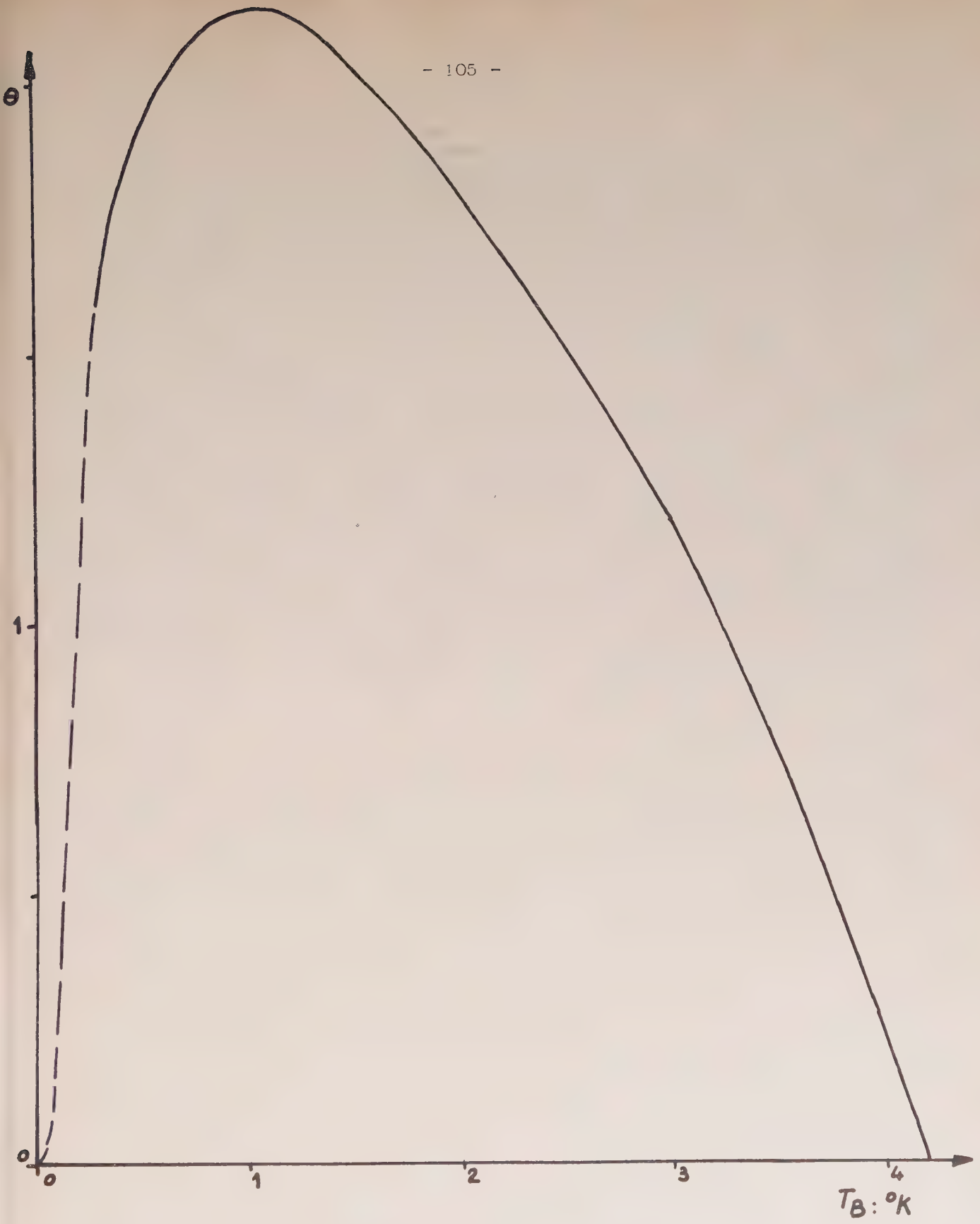


Figure 41

En l'absence de cette hypothèse et pour l'hélium-4

$$\nu = 2{,}3.10^{24} \cdot P \quad \text{molécules/m}^3 \text{ pour } T_o = 4{,}2^{\circ}K \ (P_o : \text{mm Hg})$$

$$\boxed{\frac{W}{S} = 3{,}8.10^{3} \cdot P_o \cdot \theta \cdot} \quad \left(\frac{W}{m^2}\right) \quad \text{avec } P_o : \text{mm Hg}$$

$$\text{et } T_A = 4{,}2^{\circ}K$$

Un isolement thermique ainsi apprécié doit être efficace pour toute la plage thermique comprise entre 0,3 et $4{,}2^{\circ}K$. Il est alors sensé de prendre la valeur moyenne de θ entre 0,3 et $2{,}5^{\circ}K$ pour généraliser la formule donnant la puissance transmise.

$$\boxed{\frac{W}{s} \simeq 8.10^{3} P_o : W/m^2} \qquad \text{avec } P_o \text{ mm Hg}$$

Suivent : un diagramme (fig. 42) donnant le libre parcours moyen moléculaire de l'hélium-4 en fonction de la pression P_o pour différentes températures, des diagrammes (figs 43 à 47) donnant pour cinq valeurs caractéristiques de T_B la puissance transmise par mètre carré suivant le régime thermique établi.

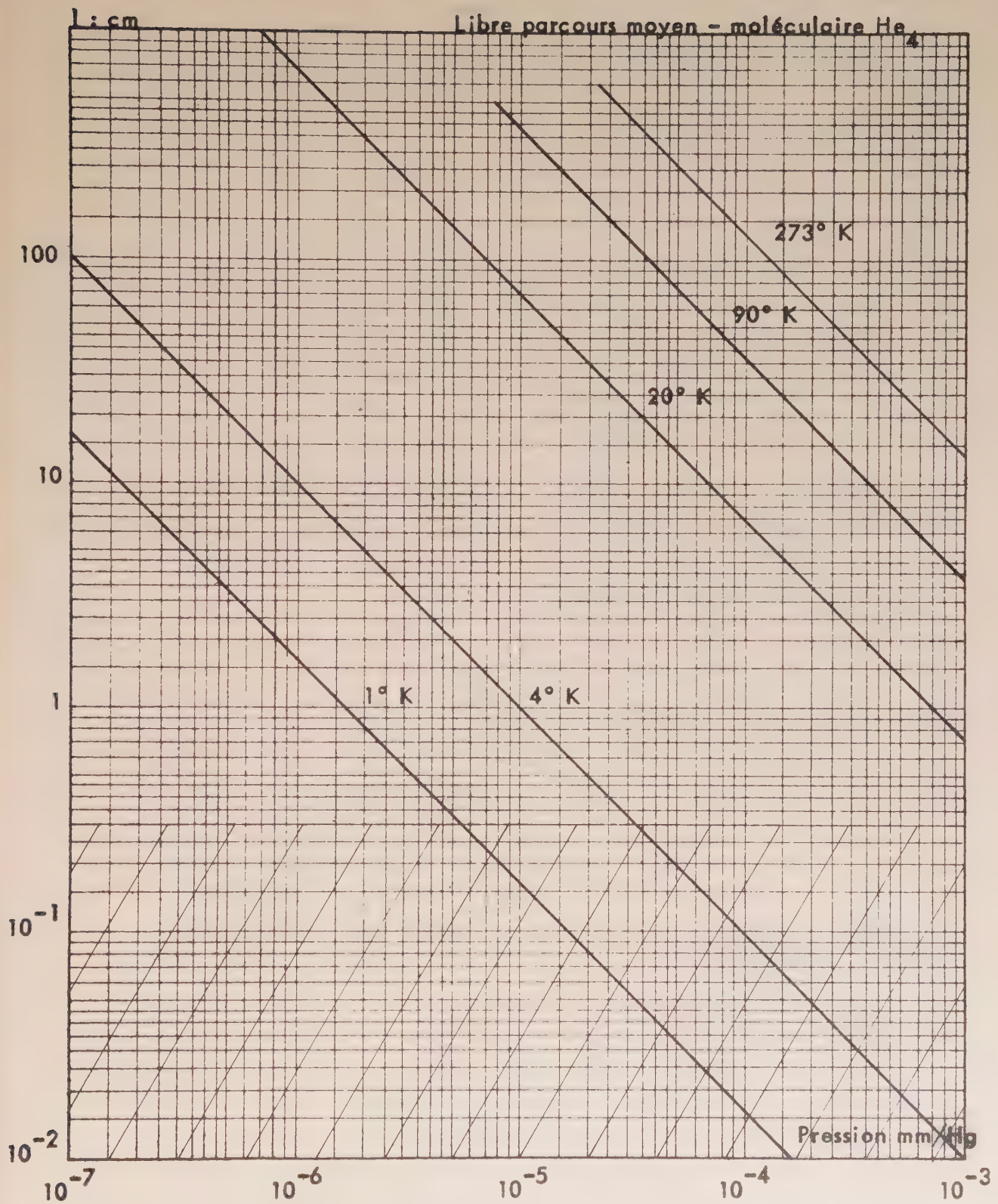

L : cm
Libre parcours moyen - moléculaire He_4
273° K
90° K
20° K
4° K
1° K
100
10
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-7}
10^{-6}
10^{-5}
10^{-4}
10^{-3}
Pression mm/Hg

Figure 42

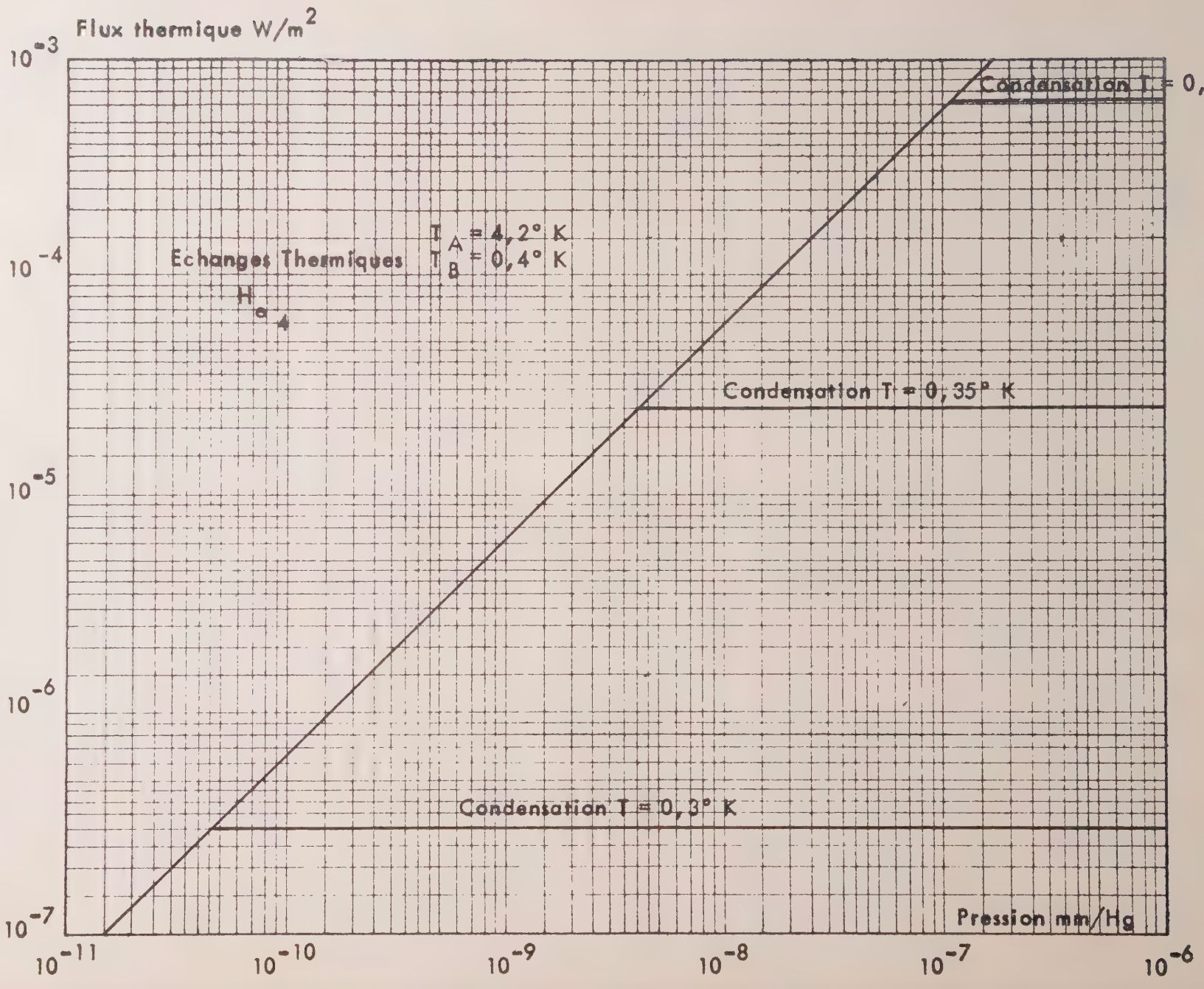

Flux thermique W/m²
10⁻³
10⁻⁴
10⁻⁵
10⁻⁶
10⁻⁷
Condensation T = 0,4° K
Echanges Thermiques
H a 4
T A = 4,2° K
T B = 0,4° K
Condensation T = 0,35° K
Condensation T = 0,3° K
Pression mm/Hg
10⁻¹¹
10⁻¹⁰
10⁻⁹
10⁻⁸
10⁻⁷
10⁻⁶

Figure 4.3

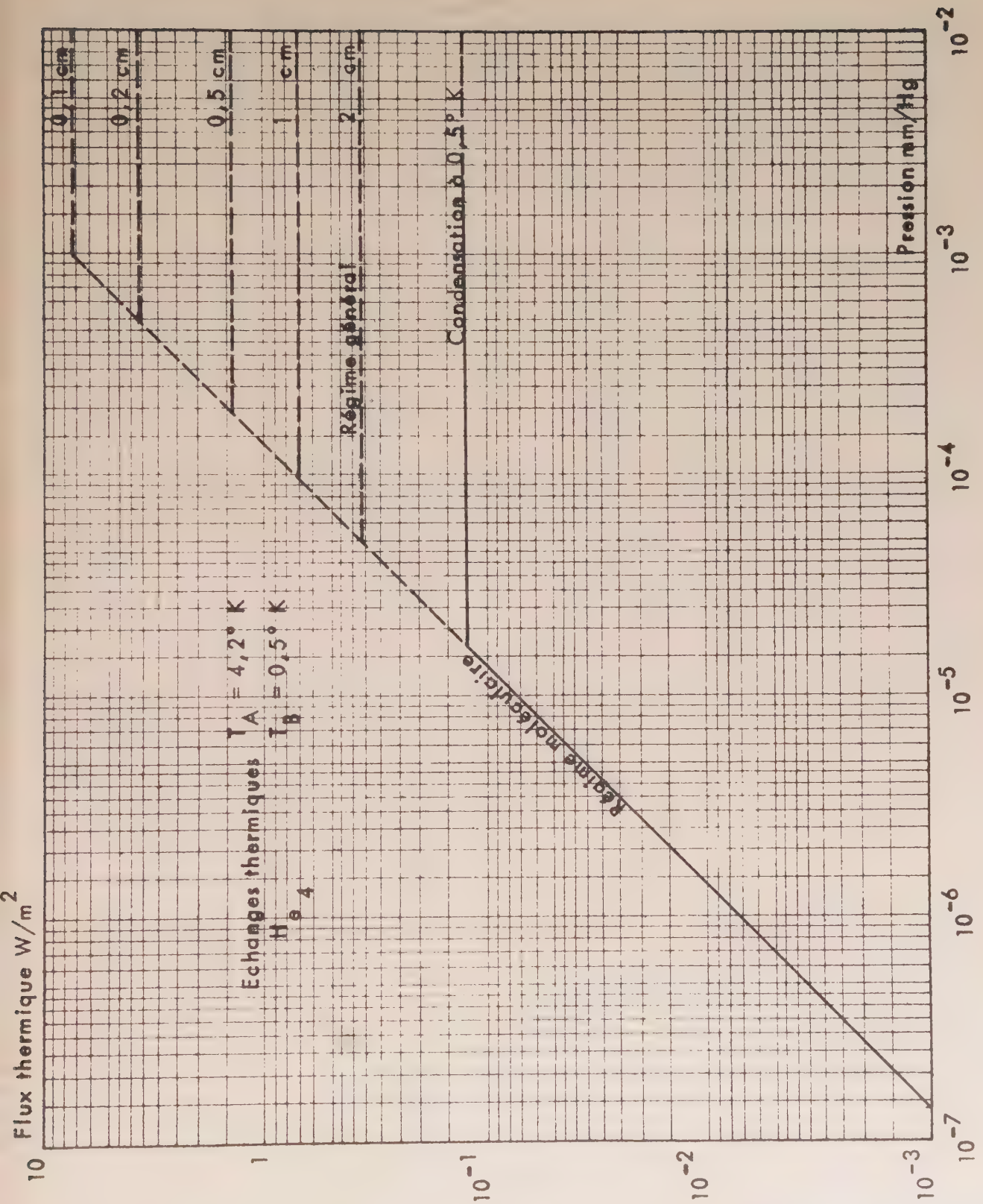

Flux thermique W/m²
10
1
10⁻¹
10⁻²
10⁻³
10⁻⁴
10⁻⁵
10⁻⁶
10⁻⁷
10⁻²
10⁻³
Pression mm/Hg
0,1 cm
0,2 cm
0,5 cm
1 cm
2 cm
Condensation à 0,5° K
Régime général
Régime moléculaire
Echanges thermiques
H = 4
T_A = 4,2° K
T_B = 0,5° K

Figure 44

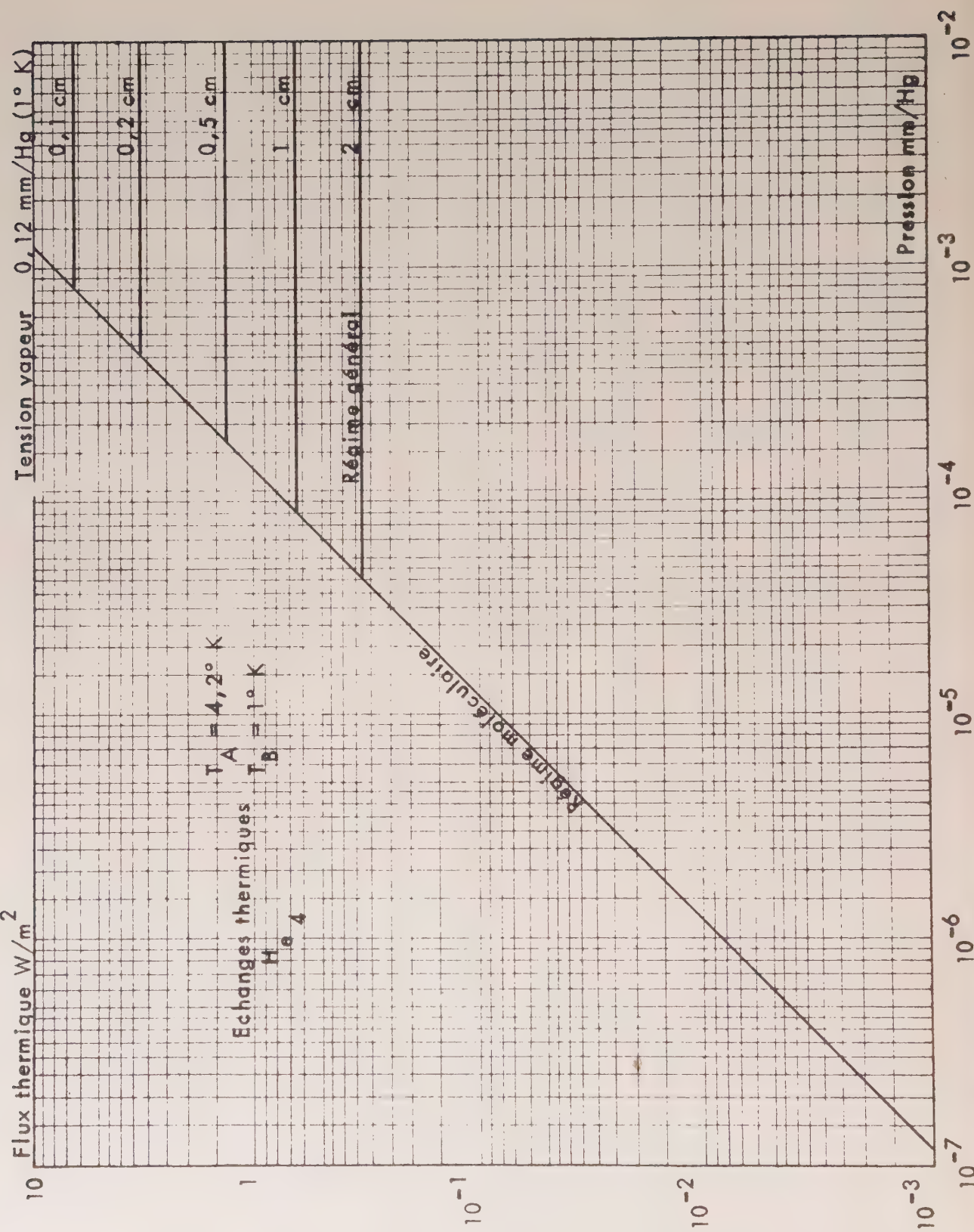

Flux thermique W/m²
Pression mm/Hg
Tension vapeur 0,12 mm/Hg (1° K)
0,1 cm
0,2 cm
0,5 cm
1 cm
2 cm
Régime général
Régime moléculaire
Echanges thermiques
$T_A = 4,2°$ K
$T_B = 1°$ K
H_e 4
10
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
10^{-5}
10^{-6}
10^{-7}

Figure 45

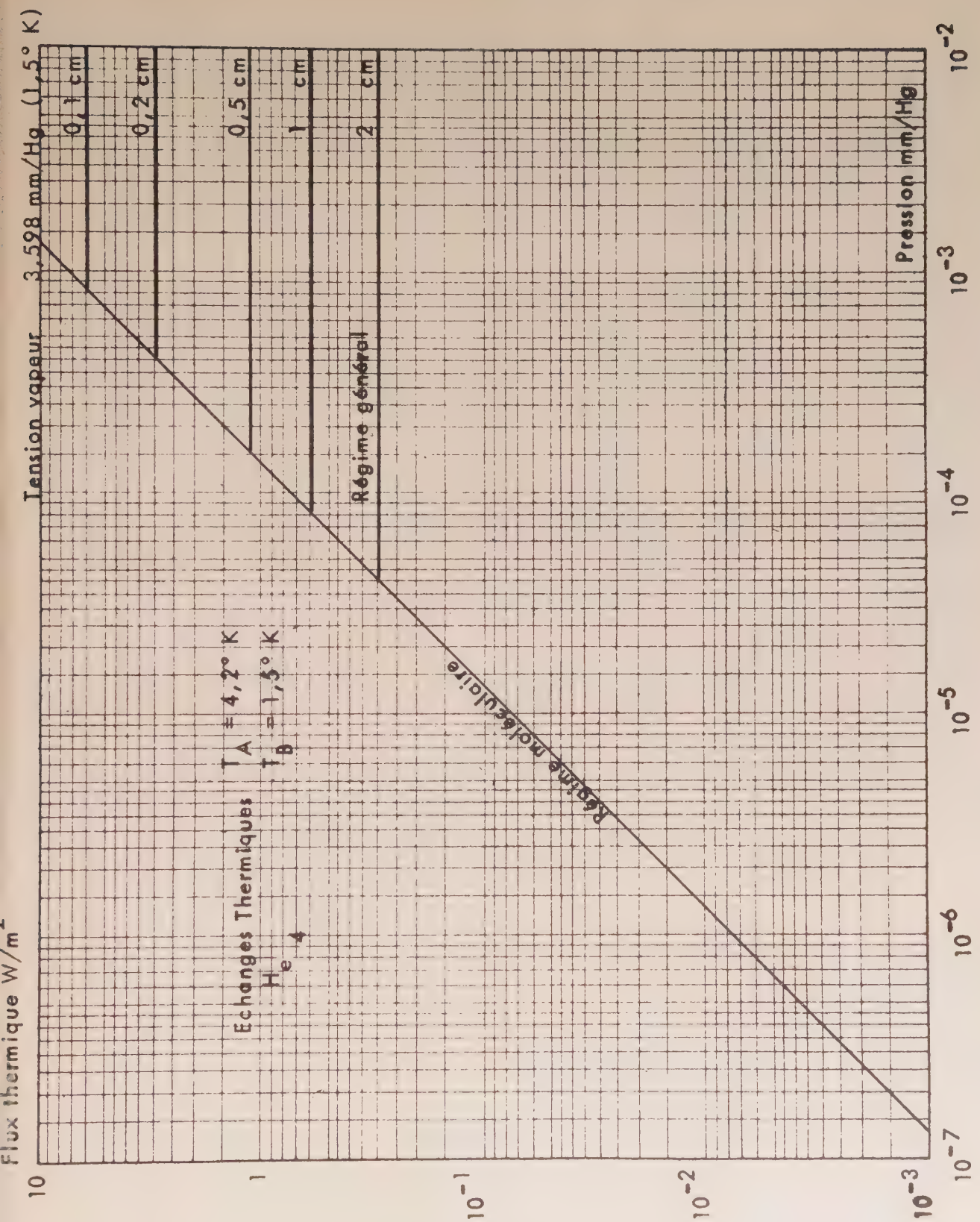

Flux thermique W/m²
10
1
10⁻¹
10⁻²
10⁻³
Tension vapeur 3,598 mm/Hg (1,5° K)
0,1 cm
0,2 cm
0,5 cm
1 cm
2 cm
Régime général
Régime moléculaire
Echanges Thermiques T_A = 4,2° K
T_B = 1,3° K
He 4
10⁻⁷
10⁻⁶
10⁻⁵
10⁻⁴
10⁻³
10⁻²
Pression mm/Hg

Figure 46

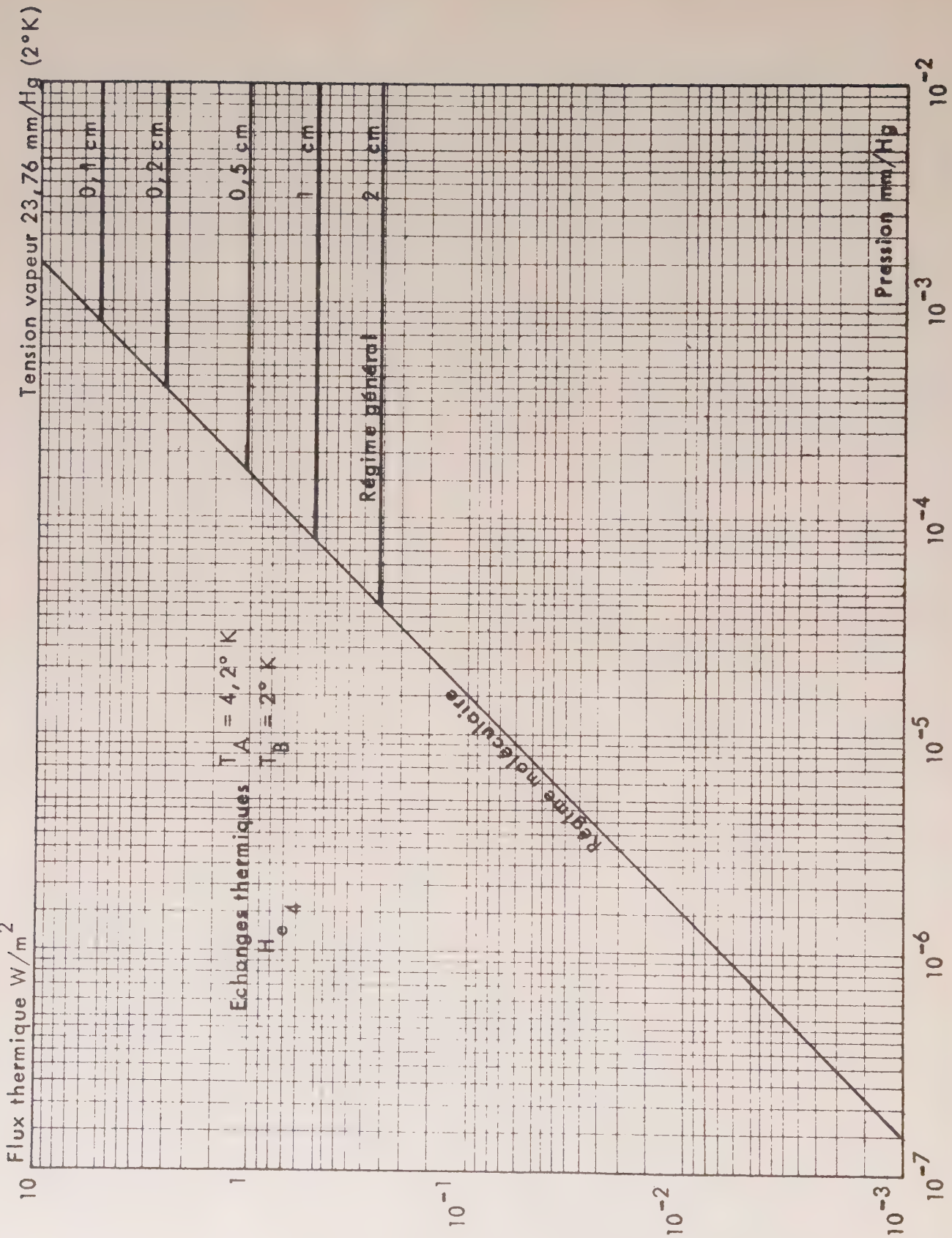

Flux thermique W/m²
10
1
10⁻¹
10⁻²
10⁻³
Tension vapeur 23,76 mm/Hg (2°K)
Pression mm/Hg
10⁻²
10⁻³
10⁻⁴
10⁻⁵
10⁻⁶
10⁻⁷
0,1 cm
0,2 cm
0,5 cm
1 cm
2 cm
Régime général
Régime moléculaire
Echanges thermiques
T_A = 4,2° K
T_B = 2° K
H_e 4

Figure 47

BIBLIOGRAPHIE

(1) - Keesom "Hélium"

(2) - R. MARCH, O.SYMKO Commission n° 1 : I.I.F. Grenoble juin 1965

(3) - Echelle internationale de température 1958

(4) - Keesom : "Hélium"

(5) - KURTI, HOARE, JACKSON Experimental cryophysics

(6)
(7) - ROCARD Thermodynamique

(8)
(9) - PESKOV, ZINOV'EVA Reports on Progress in Physics vol.22 1959

(10) - CARRARA Diplôme d'Etudes Supérieures ORSAY 1964

(11) - CARO, JAVELAUD, LEGER, TESTARD :
Catalogue des Matériels Cryogéniques fabriqués par le groupement technique : CEN.Saclay.

DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

Vu et approuvé :
Orsay, le 6 Juin 1966
Le Doyen de la Faculté des Sciences,
J. BERGERARD

Vu
et Permis d'imprimer :
Le Recteur de l'Académie
de Paris,
J. ROCHE